



Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio para Aplicaciones Aeronáuticas

Autora: Victoria Fernández-Cavada de la Serna

Tutor: José Manuel Torralba Castelló

Departamento de Ciencia e Ingeniería de Materiales

Octubre 2015

Título: Materiales Compuestos de Matriz de Aluminio para Aplicaciones Aeronáuticas

Descripción Desarrollo de aleación base aluminio, reforzadas con SiC mediante aleación mecánica y tecnologías laser aditivas.

Autor: Victoria Fernández-Cavada de la Serna

Director: José Manuel Torralba Castelló

EL TRIBUNAL

Presidente: Mónica Campos Gómez

Vocal: María Garrosa Solana

Secretario: Alicia Paez Pavón

Realizado el acto de defensa y lectura del Proyecto Fin de Carrera el día 30 de Octubre de 2015 en Leganés, en la Escuela Politécnica Superior de la Universidad Carlos III de Madrid, acuerda otorgarle la CALIFICACIÓN de SOBRESALIENTE.

VOCAL

SECRETARIO

PRESIDENTE

A Luisete, mi hermano.

Agradecimientos

No podría terminar esta memoria sin agradecer la colaboración de numerosas personas que a lo largo de este proyecto han tenido la paciencia y dedicación a la hora de introducirme en la ciencia de los materiales, o que simplemente, han estado ahí con un “café para llevar” en los bancos de la universidad.

A la gente de IMDEA:

A Marcos por la paciencia con la que me explicaba las “medidas de seguridad” del laboratorio de metalografía.

A Marta, porque grité - *Help!*- y apareció sin dudarlo y a Miguel por colarme en el SEM.

Al principal promotor de esta idea, a mi tutor José Manuel, gracias por permitirme trabajar en este pequeño proyecto y haberme dado la posibilidad de moverme por las instalaciones de IMDEA con mi bata blanca.

A la gente que formó parte de mi experiencia universitaria:

Al “Jarreo”, porque sin vosotros estos años habrían pasado sin más (probablemente en mejores bares, pero peores ambientes).

A la selección de voleibol femenina de la uc3m por darme tantos años de vida y risas y un campeonato de España.

Gracias “Sis” por compartir todo esto conmigo.

Por último pero no menos importante a mi familia, a mi madre, a mi padre y a mi hermana María, los cuatro lo merecemos.

Danke schön, ich hab euch alle lieb.

En el presente proyecto fin de carrera, se ha estudiado la fabricación de piezas del material compuesto base aluminio y refuerzo de carburo de silicio (AlSiC) reforzado con un 5% en volumen, mediante un proceso de fabricación aditiva por láser. Concretamente se ha empleado la técnica de fundición selectiva por láser, *Selective Laser Melting* (SLM), bajo unos parámetros específicos, proceso elaborado por el centro tecnológico CATEC.

Para ello se ha fabricado previamente 1kg de polvo de AlSiC mediante aleación mecánica en la Universidad Carlos III de Madrid.

El estudio posterior consta de dos partes y se realizó en el instituto IMDEA Materiales, (Instituto Madrileño de Estudios Avanzados en Materiales).

Se obtuvieron 4 piezas consolidadas a diferentes densidades de energía y una pieza de aluminio sin reforzar para su comparación.

La primera parte del estudio trata los diferentes estadios de fabricación del polvo, con su particular caracterización, debido a los requerimientos que exige el proceso de consolidación.

Se ha observado el polvo en 4 tiempos de molienda diferentes bajo un microscopio electrónico de barrido (SEM) y tomado imágenes para su estudio de morfología y microestructura del material compuesto.

De las piezas consolidadas se han tomado medidas de dureza y microdureza, así como de densidad relativa para compararlas con la pieza de aluminio sin reforzar.

Finalmente se ha observado bajo microscopia óptica la distribución de los granos y su orientación para su estudio de isotropía/anisotropía en los planos.

El proyecto concluye con una valoración de la técnica SLM como medio de fabricación de piezas de AlSiC y la valoración sobre la obtención del polvo compuesto.

PALABRAS CLAVE: ADDITIVE MANUFACTURING, SELECTIVE LASER MELTING, ALEACIÓN MECÁNICA, ALUMINIO, ALSIC.

In the present bachelor thesis, the manufacture of the aluminium-based metal-matrix composites reinforced with silicon carbide (AlSiC), is going to be analyzed, reinforced by a 5% in volume, by using an additive manufacturing process with laser melting. The study focuses specially in the selective laser melting (SLM) system, under specific parameters conducted by the technology Center CATEC.

Previous to the consolidation of the material into a solid stage, 1kg of the metal powder has been mechanically alloyed at *Universidad Carlos III*.

The post characterization of the AlSiC has been divided in two sections and carried out in the *IMDEA Materiales* institute.

Four consolidate pieces of AlSiC were produced by using different energy densities and one aluminum piece without being reinforced, for a hardness comparison.

The first characterization part includes the powder transformation in the mechanical alloy milling technique, due to the requirements demanded by the SLM consolidation.

Powder was observed in 4 different grinding times under a SEM microscope and images were taken for their study of morphology and microstructure of the composite.

Finally the pieces have been observed under light microscopy, for the grains distribution and orientation, looking for isotropy and anisotropy planes.

The project concludes with an assessment of the SLM technique as a means of manufacture for AlSiC parts and of the production of the composite powder.

KEYWORDS: ADDITIVE MANUFACTURING, SELECTIVE LASER MELTING, MECHANICAL ALLOYING, ALUMINUM, ALSIC.

ÍNDICE

1	Objetivos	1
2	Antecedentes (Estado del Arte)	2
2.1	AlSiC	2
2.1.1	Materiales compuestos de matriz de aluminio (CMAs)	2
2.1.2	Aleación Al-Si	2
2.1.3	SiC	4
2.1.4	Factores de fabricación influyentes en las propiedades finales del AlSiC .	6
2.1.5	Propiedades generales del AlSiC	9
2.2	“Additive Manufacturing”	10
2.3	SLM.....	12
2.3.1	Equipo y descripción del proceso	12
2.3.2	Características del proceso.....	13
2.3.3	Parámetros del proceso	14
2.3.4	Aluminio fundido a partir de SLM	17
2.3.5	Otros procesos de fabricación AM	19
2.4	Aleación mecánica	22
2.4.1	Principio de molienda, colisión de las bolas.....	23
2.4.2	Transformación del polvo y etapas principales.....	25
2.4.3	Variables del proceso de aleación mecánica.....	28
2.5	Atritor.....	35
2.5.1	Descripción del molino y funcionamiento.....	35
2.5.2	Otros tipos de molinos	37
3	Proceso experimental	39
3.1	Materias Primas	40
3.1.1	Al	40
3.1.2	SiC	41
3.1.3	Agente controlador del Proceso (PCA)	42
3.1.4	Proporciones y cantidades de materia prima	42
3.2	Proceso de aleación mecánica.....	44
3.3	Consolidación mediante “Additive manufacturing”	48
3.4	Caracterización	50
3.4.1	Caracterización del polvo	50
3.4.2	Caracterización del sólido.....	51
3.4.3	Microdureza.....	55
3.4.4	Metalografía	56
4	Análisis y Resultados	63
4.1	Aleación Mecánica	63
4.1.1	Caracterización del Polvo	63
4.2	Metalografía.....	68
4.2.1	Microscopía Óptica.....	68
4.3	Caracterización del sólido	70

4.3.1	Densidad	70
4.3.2	Dureza.....	73
4.3.3	Microdureza.....	78
5	Conclusión	84
5.1	Sobre la aleación mecánica.....	84
5.2	Sobre el proceso de consolidación	84
5.3	Sobre el material compuesto AlSiC y la técnica SLM.....	85
6	Líneas Futuras.....	86
7	Referencias.....	87

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1 Clasificación de aleaciones de aluminio (3).....	2
Figura 2.2 Diagrama de fases Aleación Al-Si (5)	3
Figura 2.3 Enlace básico tetraédrico del SiC.....	4
Figura 2.4 Métodos de procesamiento de CMMs, cortesía de UTM	8
Figura 2.5 Imagen microscópica de AlSiC (10).....	9
Figura 2.6 Secuencia del principio de AM. De izquierda a derecha: Modelado en CAD de la pieza. Rebanado horizontal en CAD la pieza. Ensamblar las capas en el proceso de fabricación. Pieza completa (22)	10
Figura 2.7 Clasificación de los procesos de AM según el estado inicial de la materia (25)	11
Figura 2.8 Prototipo de máquina para sinterizado por SLM (27).....	12
Figura 2.9 Sinterizado de capa mediante SLM (28).....	13
Figura 2.10 Ejemplo de estructura filigrana fabricada por SLM (29)	14
Figura 2.11 Imagen SEM del polvo Ti6Al4V (31)	14
Figura 2.12 Principio de SLM (32).....	15
Figura 2.13 Influencia de la densidad de energía en SLM en los defectos de la fusión con E elevada en acero (31)	16
Figura 2.14 Influencia de la densidad de energía en SLM en los defectos de la fusión con E baja en acero (31)	16
Figura 2.15 Inspección visual de densidades relativas de Aluminio en función de la potencia laser y su velocidad de escaneo (33).....	18
Figura 2.16 Microestructura de Al-Si a $v=2100$ mm/s y $P=900$ W (33)	18
Figura 2.17 Izquierda: Dureza en función de la velocidad de escaneo. Derecha: Dureza en función del espacio entre líneas fundidas (33)	19
Figura 2.18 Equipo SLA con tanque de resina (34).....	20
Figura 2.19 Proceso FDM (35)	21
Figura 2.20 Proceso de impresión 3D y acabados (36)	21
Figura 2.21 Interactuación de bolas con partículas de polvo.....	23
Figura 2.22 Diagrama de esfuerzos en el choque de dos bolas.	24
Figura 2.23 Etapas de la partícula en la aleación mecánica entre materiales dúctil-dúctil, (39).....	25
Figura 2.24 Etapas de la partícula en la aleación mecánica entre materiales dúctil-frágil (40).....	27
Figura 2.25 Evolución de la densidad aparente frente al tiempo de molienda (41).....	28
Figura 2.26 Efecto tras el impacto en (a) Partículas frágiles. (b) Partículas dúctiles. (37)	29
Figura 2.27 Tiempo necesario para alcanzar tamaños de partícula semejantes de TiB ₂ en (a) Molino planetario (b) Attritor (45)	33
Figura 2.28. Attritor vertical. (48)	36
Figura 2.29 Detalle del interior de un attritor horizontal en funcionamiento. (45; 38).....	36
Figura 2.30 Molino/Mezclador SPEX 8000 y diagrama interior (49; 45).....	37
Figura 2.31 (A) Molino Planetario PULVERISETTE 5/4 classic line (50). (B) Diagrama interior del frasco en proceso de molienda (45)	38
Figura 2.32 Molino de bolas (<i>Tumbler ball mill</i>) (51).	38

Figura 3.1 Esquema proceso experimental	39
Figura 3.2 Materias primas, polvo mezclado y depositado.....	40
Figura 3.3 Captura de pantalla del programa MALTOZ.....	46
Figura 3.4 Captura de pantalla programa MALTOZ 3.1, Detalle del ciclo	46
Figura 3.5 Columna de vacío para attritor CM01, propiedad de la Universidad Carlos III de Madrid	48
Figura 3.6 Probetas sinterizadas por SLM, a partir del polvo AlSiC por CATEC.....	49
Figura 3.7 Esquema aproximado de sinterización de probeta por SLM, cortesía de IQ evolution.....	49
Figura 3.8 Equipo de medición para la densidad por método de Arquímedes del laboratorio de la Universidad Carlos III de Madrid	51
Figura 3.9 Esquema durómetro Vickers. (54).....	53
Figura 3.10 Esquema vectorial en la aplicación de la prueba de dureza HV10.....	54
Figura 3.11 Microindentación HV1/15	55
Figura 3.12 Esquema de corte de las muestras para su estudio posterior	56
Figura 3.13 Izquierda: Distribución de las muestras en la pastilla dentro de los moldes. Derecha: Moldes FIXIFORM.....	57
Figura 3.14 Embutición polvo	57
Figura 3.15 Proceso de desbaste de las muestras consolidadas.....	58
Figura 3.16 Combinación de lijas empleadas en el desbaste manual. De izquierda a derecha: Grano 320, grano 600 y grano 1200.....	59
Figura 3.17, Polishing Machine marca BUEHLER, propiedad del instituto IMDEA materiales	60
Figura 3.18 Máquina para pulido manual, propiedad de IMDEA.....	61
Figura 3.19 Ataque químico de las muestras de AlSiC sinterizadas	62
Figura 4.1 Evolución morfológica de la aleación mecánica de AlSiC a 800 rpm. a) 0h, b) 10h, c) 14h, d) 16h.....	63
Figura 4.2 Evolución morfológica de la aleación mecánica de AlSiC a 800 rpm. a) 0h, b) 10h, c) 14h, d) 16h.....	64
Figura 4.3 Soldadura del SiC. Izquierda: 0h. Derecha: 16 h de molienda	65
Figura 4.4 Microscopia por EBSD del polvo aleado: a) 0h b) 10h c) 14h d) 16h	65
Figura 4.5 Microscopia por EBSD de las partículas aleadas: a) 0h b) 10h c) 14h d) 16h	66
Figura 4.6 Microanálisis EDS de la Figura 4.5 micrografía d)	67
Figura 4.7 Secciones transversales y tras el ataque químico del AlSiC a) E=2,5 (J/mm ²) b) E=2,4 (J/mm ²).c) E=2,3 (J/mm ²).d) E=2,2 (J/mm ²)	68
Figura 4.8 Caras de las muestras tras el ataque químico del AlSiC a) E=2,5 (J/mm ²) b) E=2,4 (J/mm ²).c) E=2,3 (J/mm ²).d) E=2,2 (J/mm ²)	69
Figura 4.9 Gráfica de valores de densidad relativa frente a densidad de energía.....	71
Figura 4.10 Inspección visual de la densidad relativa en función de la densidad de energía E. a) E=2,5 (J/mm ²) b) E=2,4 (J/mm ²).c) E=2,3 (J/mm ²).d) E=2,2 (J/mm ²)	72
Figura 4.11 Inspección visual de la densidad relativa del aluminio sin reforzar.	72
Figura 4.12 Ensayo de dureza Vickers AlSiC-2.5.....	74
Figura 4.13 Ensayo de dureza Vickers AlSiC-2.4.....	74
Figura 4.14 Ensayo de dureza Vickers AlSiC-2.3.....	75
Figura 4.15 Ensayo de dureza Vickers AlSiC-2.2.....	75
Figura 4.16 Ensayo de dureza Vickers AlSi12-2.5	76

Figura 4.17 Ensayo de dureza de las caras	76
Figura 4.18 Ensayo de dureza de las secciones transversales.....	77
Figura 4.19 Ensayo de microdureza Vickers AlSiC-2.5.....	78
Figura 4.20 Ensayo de microdureza Vickers AlSiC-2.4.....	79
Figura 4.21 Ensayo de microdureza Vickers AlSiC-2.3.....	80
Figura 4.22 Ensayo de microdureza Vickers AlSi12-2.5.....	81

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2.1 Principales propiedades de la aleación Al-Si 12% en peso (7).....	4
Tabla 2.2 Principales propiedades del SiC (8).....	4
Tabla 2.3 Diferencia en las propiedades mecánicas de AlSiC debido a la influencia del Al_4C_3 (14)	7
Tabla 2.4 Propiedades del AlSiC	9
Tabla 3.1 Características principales del polvo AlSi12 y consolidado por SLM marca RENISHAW	41
Tabla 3.2 Características principales del SiC en polvo verde marca ESK-SiC (52)	41
Tabla 3.3 Principales características Parafina Sintética MP-12, marca Micro Powder Inc.	42
Tabla 3.4 Características del Attritor CM-01 Zoz, propiedad de la Universidad Carlos III de Madrid	45
Tabla 3.5 Resumen de las variables de la aleación mecánica AlSiC	47
Tabla 3.6 Secuencia programada para 2 horas efectivas de molienda.	47
Tabla 3.7 Características principales de la máquina SLM Reninshaw, propiedad de CATEC.....	48
Tabla 3.8 Parámetros de fabricación de las probetas sinterizadas por SLM en CATEC .	49
Tabla 3.9 Proceso de pulido para muestras consolidadas	60
Tabla 3.10 Proceso de pulido para el polvo	61
Tabla 4.1 Cálculo de densidades por método de Arquímedes, de AlSiC tras consolidación	70
Tabla 4.2 Cálculo de densidades relativas AlSiC consolidado a diferentes densidades de energía.....	71
Tabla 4.3 Comparación de los valores de densidades obtenidos, comparados con otros estudios	73
Tabla 4.4 Ensayo de dureza Vickers AlSiC-2.5	73
Tabla 4.5 Ensayo de dureza Vickers AlSiC-2.4	74
Tabla 4.6 Ensayo de dureza Vickers AlSiC-2.3	74
Tabla 4.7 Ensayo de dureza Vickers AlSiC-2.2	75
Tabla 4.8 Ensayo de dureza Vickers AlSi12-2.5	75
Tabla 4.9 Ensayo de microdureza Vickers AlSiC-2.5	78
Tabla 4.10 Ensayo de microdureza Vickers AlSiC-2.4.....	79
Tabla 4.11 Ensayo de microdureza Vickers AlSiC-2.3.....	79
Tabla 4.12 Ensayo de microdureza Vickers AlSiC-2.2.....	80
Tabla 4.13 Ensayo de microdureza Vickers AlSiC-2.2.....	80
Tabla 4.14 Ensayo de microdureza Vickers AlSi12-2.5	81
Tabla 4.15 Comparación de valores de dureza obtenidos, con otros estudios	83

1 Objetivos

El objetivo del presente proyecto es estudiar la fabricación de piezas de aluminio reforzadas con carburo de silicio (AlSiC) mediante una técnica de fabricación aditiva, en inglés y denominado en lo sucesivo de esta memoria, *Additive Manufacturing*.

Para ello en primer lugar se quiere familiarizar al lector con las características básicas de Additive Manufacturing, concretamente con la técnica fusión selectiva por láser, *Selective Laser Melting* (SLM).

El polvo de AlSiC se ha fabricado previamente mediante aleación mecánica buscando como objetivo las condiciones de esferificación del polvo que requiere la técnica de fabricación SLM.

Por ello, se hará también un breve repaso sobre la técnica de fabricación de polvos metálicos, para que el lector tenga los conocimientos necesarios sobre aleación mecánica.

El estudio busca, en la medida de lo posible, aproximarse a los siguientes objetivos:

- Fabricar un polvo compuesto reforzado homogéneamente y de partícula esférica mediante aleación mecánica.
- La posibilidad de mejorar la fusión del carburo de silicio (SiC) por láser.
- Aumentar la dureza del aluminio base gracias al refuerzo en SiC y aumentar la dureza del AlSiC respecto a otros procesos de fundición convencionales.
- Obtener un resultado de densidad relativa próximo al 100%
- Estudiar la isotropía en la fabricación por Additive manufacturing mediante pruebas de dureza y microdureza así como su observación bajo microscopía óptica.

2 Antecedentes (Estado del Arte)

2.1 AlSiC

2.1.1 Materiales compuestos de matriz de aluminio (CMAs)

Los materiales compuestos han presentado una evolución significativa en los últimos 30 años, en concreto los de matriz metálica (CMM). Su interés se focaliza en sus propiedades mecánicas de resistencia y rigidez.

Los CMMs se estudian sobre todo, en la industria del automóvil, aeroespacial y otros componentes industriales debido a su rigidez, buena conductividad térmica y elevada resistencia al desgaste. En concreto los materiales compuestos de matriz metálica reforzados con partículas presentan propiedades más isotrópicas que los reforzados con fibras (1).

La mayoría de CMMs se centran en matrices de aluminio o aleaciones base Al, pudiéndolas reforzar mezclándolo con partículas de Al_2O_3 , AlN, SiC, TiC y TiB_2 . El objetivo es mejorar su resistencia al desgaste en las aleaciones de aluminio sinterizadas. La característica más positiva del aluminio pulvimetalúrgico es su alta densidad relativa entorno al 90% en procesos de compactación de 160 MPa.

Si bien cualquier proceso de compactación en frío ha dado buenos resultados por su simplicidad y eficacia, es necesario desarrollar los procesos de sinterización para reforzar los materiales compactados. En este terreno el aluminio presenta un óxido superficial que dificulta la sinterización.

Los materiales compuestos de matriz de aluminio destacan por su ligereza y fácil procesado, por lo que se suele emplear en piezas de gran tamaño que exigen propiedades específicas de rigidez y térmicas (2).

2.1.2 Aleación Al-Si

El aluminio es un material, que, debido a su baja densidad ($2,7 \frac{g}{cm^3}$), su dureza y alta conductividad eléctrica y térmica, ha visto incrementada su producción desde su descubrimiento en 1825, hasta alcanzar aproximadamente 25 millones de toneladas hoy en día.

Aun siendo el elemento metálico más abundante en la tierra no se encuentra en estado puro sino que aparece en ciertos minerales. Su extracción resulta difícil y costosa, por lo que se suele manejar en forma de aleación. Las aleaciones de aluminio se clasifican según su aleante como se puede observar en la siguiente Figura 2.1. (3; 4).

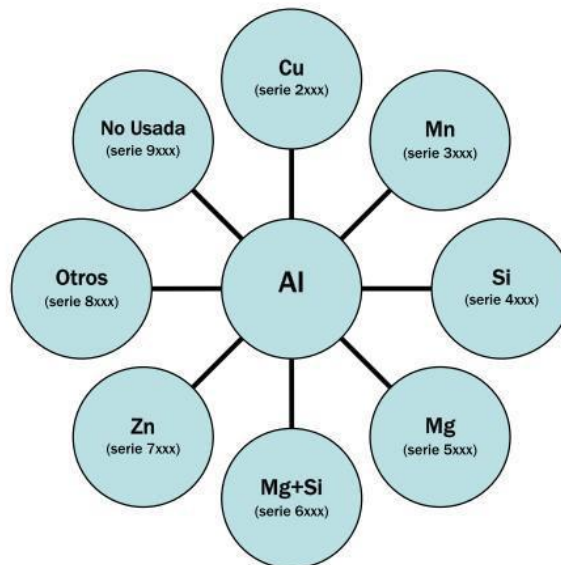


Figura 2.1 Clasificación de aleaciones de aluminio (3)

Podemos comprobar que la aleación Al-Si, empleada en este proyecto, pertenece a la serie 4xxx cuyo principal aleante es el silicio (Si). La cantidad de Si suele superar el 12% para bajar el rango de fusión de la aleación. Lo que se busca en la serie 4xxx es que sea una aleación de fundición. La principal aplicación de las aleaciones Al-Si es la fundición de piezas difíciles, pero buenas cualidades de moldeo y acabado superficial. Se utiliza sobre todo en aplicaciones de automoción por sus propiedades mecánicas y en la marina, por su resistencia a la corrosión en agua salada.

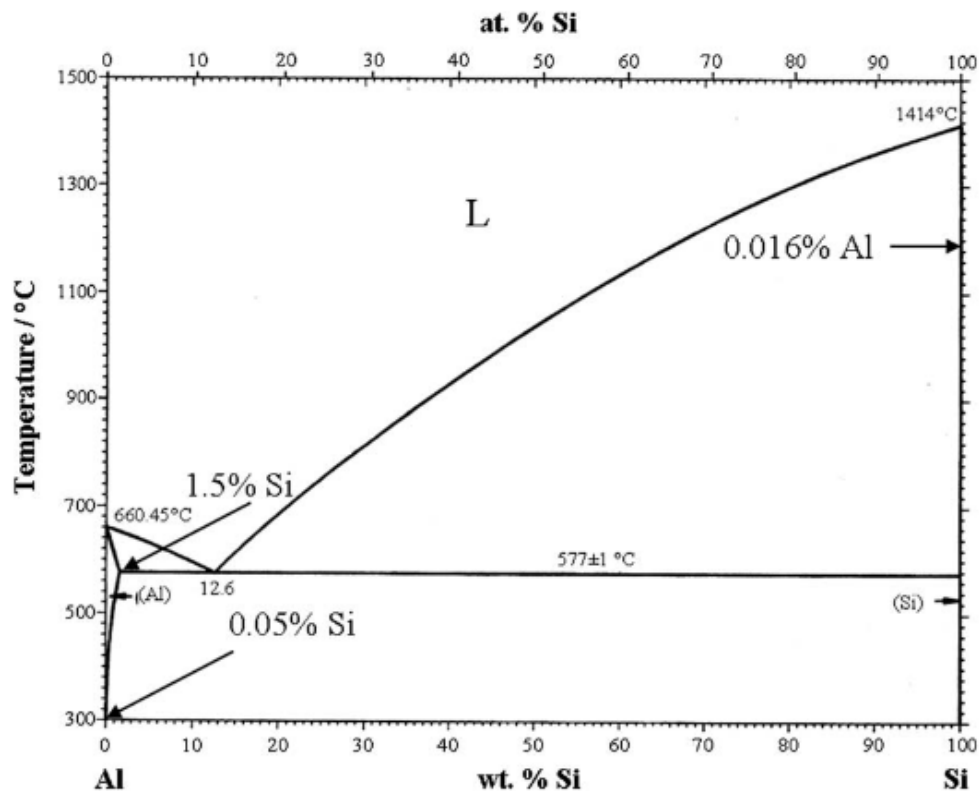


Figura 2.2 Diagrama de fases Aleación Al-Si (5)

Como vemos en el diagrama de fases de Al-Si de la Figura 2.2, el aluminio nunca llega a ser soluble en el Si a ninguna temperatura. Entre las posibles aleaciones del sistema Al-Si, la que tiene interés industrial es, precisamente, la aleación eutéctica, 12% en peso.

Se utiliza sobre todo para piezas moldeadas de pequeño espesor, como por ejemplo, piezas de motores de explosión, radiadores, aparatos eléctricos, etc. Su interés se fundamenta en que su temperatura de solidificación es baja 577°C y presenta muy buena colabilidad por tratarse de una aleación eutéctica. No presenta apenas rechupes y no tiene riesgo de agrietamiento en caliente ya que su intervalo de solidificación es constante. Por otra parte, también el Si favorece ese comportamiento al no fisurarse en caliente (6).

El Si es el segundo elemento más abundante de la corteza terrestre y forma parte de los elementos denominados metaloides o semimetales. Este tipo de elementos coinciden en propiedades entre metales y no metales. Su conductividad eléctrica destaca en la fabricación de semiconductores.

PROPIEDADES AL-SI12%

DENSIDAD	2,66 g/cm ³
COEFICIENTE DE DILATACIÓN	$20 \cdot 10^{-6} K^{-1}$
CONDUCTIVIDAD TÉRMICA	145-165 W/mK
RESISTIVIDAD ELÉCTRICA	45-50 nΩm
PUNTO DE FUSIÓN	577 °C
DUREZA	50-55 HB

Tabla 2.1 Principales propiedades de la aleación Al-Si 12% en peso (7)

2.1.3 SiC

El carburo de silicio se encuentra en pequeñas cantidades en la Tierra, por lo que es común su fabricación. Aunque no se recomienda su uso en trabajos expuestos a la corrosión, tiene una alta resistencia a la abrasión y gran durabilidad.

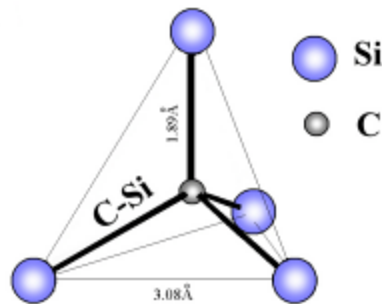


Figura 2.3 Enlace básico tetraédrico del SiC

Es un material extremadamente duro, con una alta resistividad, y un choque térmico muy conveniente en lo que a su conductividad térmica se refiere (8) Tabla 2.2.

PROPIEDADES SiC

DENSIDAD	3,21 g/cm ³
COEFICIENTE DE DILATACIÓN	$4,5-5,7 \cdot 10^{-6} K^{-1}$
CONDUCTIVIDAD TÉRMICA	150 W/mK 20°C 54 W/mK 1400 °C
RESISTIVIDAD ELÉCTRICA	$0.1-10^{12} \Omega m$
PUNTO DE FUSIÓN	2300°C
DUREZA	9,5 escala Mohs (1500-2000 HV)

Tabla 2.2 Principales propiedades del SiC (8)

2.1.3.1 Refuerzo con SiC

El AlSiC recoge los puntos de facilidad de procesamiento, ligereza y ductilidad del aluminio y se complementa con una mayor rigidez y resistencia mecánica debido al refuerzo de SiC. Si la comparamos con una aleación férrea obtendremos mejores resultados en propiedades específicas (9).

El material compuesto combina perfectamente la alta conductividad térmica del Al y la baja expansión térmica del SiC, por lo que su uso más frecuente suele ser en dispositivos semiconductores o disipadores de calor, así como en empaquetados para piezas microelectrónicas o de radiofrecuencia y ondas (10) (11). Puede usarse para amortiguar equipos de alta velocidad y precisas como las piezas de un robot.

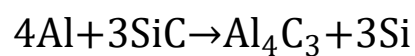
Así como en la industria del automóvil el AlSiC ha tenido gran éxito, reduciendo el peso de los componentes y con ello la emisión de gases a la atmósfera, ha sido en el ámbito aeronáutico y espacial donde habiéndose desarrollado mucho más la investigación, siguen apareciendo desventajas para este material compuesto.

2.1.4 Factores de fabricación influyentes en las propiedades finales del AlSiC

Las propiedades finales del AlSiC dependen de varios factores en su fabricación previa:

a. La reacción entre matriz y refuerzo:

El AlSiC presenta una baja resistencia a la corrosión. Debido a las altas temperaturas de fabricación se genera carburo de aluminio (Al_4C_3), material higroscópico y frágil en la intercara del material-refuerzo como comprobamos en la siguiente ecuación.



Ecuación 2.1

Si no existe formación de Al_4C_3 , en una fractura del material la grieta se propagaría debido a la descohesión de las partículas que no se habrían adherido correctamente a la matriz.

Si por el contrario apareciese Al_4C_3 , lo haría en forma de precipitado o capa alrededor del SiC en la intercara. La fractura se propagaría a través de las partículas lo que nos indica una mayor transferencia de carga en el material y mayor resistencia a tracción (12). Pero aunque se formen capas de Al_4C_3 , ayudando las capas en un primer principio a mejorar las propiedades mecánicas de un material compuesto, el Al_4C_3 es un material que se hidrata y se disuelve en medio acuoso. Esto se llevaría a la ya mencionada pérdida de resistencia a la corrosión. También observamos en la Ecuación 2.1, que la reacción nos deja una aleación binaria de Al-Si, por lo que las partículas de Si harán aumentar la fragilidad del material (13).

PROPIEDAD	AUSENCIA DE Al_4C_3	PRESENCIA DE Al_4C_3
0,2% LÍMITE ELÁSTICO (MPa)	97	103
RESISTENCIA A LA TRACCIÓN (MPa)	113	139
RESISTENCIA AL IMPACTO ($\times 10^{-3} J/mm^2$)	17	18
ENDURECIMIENTO POR DEFORMACIÓN	0.0074	0.1122
DUCTILIDAD (%)	16	14

Tabla 2.3 Diferencia en las propiedades mecánicas de AlSiC debido a la influencia del Al_4C_3 (14)

Para evitar la formación de Al_4C_3 se refuerza las partículas de SiC con óxido de silicio (SiO_2) (9).

b. Fracción de volumen del refuerzo

Aumentando el volumen de refuerzo, volvemos los materiales más rígidos y eso implica mayores tensiones. En el caso de las partículas de SiC, disminuyen la densidad del material debido a la baja propiedad de estas. Los aspectos que se estudian según la fracción de volumen de SiC que lleva el material, como son, límite elástico, resistencia a tracción, dureza, resistencia al impacto y al desgaste, se ven incrementadas con el porcentaje en refuerzo (15; 16). Cabe destacar que algunas de estas propiedades mecánicas aumentan solo hasta una determinada cantidad de refuerzo hasta rotura, pero que en general todas ellas disminuyen a partir del 25% en volumen de SiC (17; 18). Esto es debido a la aglomeración o ramificación local de las partículas de SiC que aumentan las superficies de baja densidad en la intercara.

c. Tipo de refuerzo

Lo común para el material compuesto AlSiC es encontrar el SiC en partículas o fibras. Ambos dan resultados parecidos pero se ha notado una leve mejora en el límite elástico y la resistencia a tracción en materiales compuestos por fibras. Por el contrario las fibras proporcionan una densidad mucho menor, casi nula, por lo que no ganaría en ductilidad frente a las partículas. El límite proporcional es sin embargo igual para ambos casos (121MPa) (19).

d. Distribución del refuerzo

Ya sea por fundición o por alguna fase líquida similar es de gran consideración, para el material compuesto, tener una distribución homogénea del refuerzo. Se consideran tres etapas en su formación en las que se tiene que controlar esta distribución. Estas son durante la mezcla, durante la solidificación y el paso intermedio entre ambas. La fundición centrífuga no solo ayuda a fundir el refuerzo sino que mantiene las partículas en suspensión. En la solidificación los meniscos rechazan las partículas empujándolas hacia el exterior por lo que si se aumenta el tiempo de enfriamiento se conseguirá una mejor aglomeración de las partículas del refuerzo (20).

e. Métodos de procesamiento



Figura 2.4 Métodos de procesamiento de CMMs, cortesía de UTM

Aunque el abanico de posibilidades que engloba el procesado de CMMs, ver Figura 2.4 , existen algunos que satisfacen mejor los requerimientos del ALSiC mencionados con anterioridad. Estos se pueden dividir en dos grupos (9).

- Procesados en fase líquida: Por infiltración de metal líquido, colada a presión o atomización.
- Procesados en fase sólida: Por difusión, pulvimetalurgia o procesado por deposición

En general los procesos de conformado que admiten los materiales compuestos de matriz de aluminio son extrusión, forja y laminación. Para los reforzados con partículas, como es el caso del SiC, cualquier método de fundición daría buenos resultados (21).

f. Temperatura de sinterización

El aumento de temperatura conlleva un efecto positivo en lo que a dureza respecta, aumentándola para cualquier fracción de volumen de SiC. No se puede decir lo mismo de su microestructura que presenta valores parecidos de densidad relativa (2).

2.1.5 Propiedades generales del AlSiC

DENSIDAD	2.95 - 3.00 $\frac{g}{cm^3}$
CONDUCTIVIDAD,	170 - 200 $\frac{W}{mK}$
COEFICIENTE DE EXPANSIÓN TÉRMICA	6.5 a 9.5 $E - 6 K^{-1}$
RESISTENCIA ELÉCTRICA	30 - 50(mWcm)
RESISTENCIA A FLEXIÓN	350 - 500 (MPa)
MÓDULO ELÁSTICO	200 - 230 (GPa)

Tabla 2.4 Propiedades del AlSiC

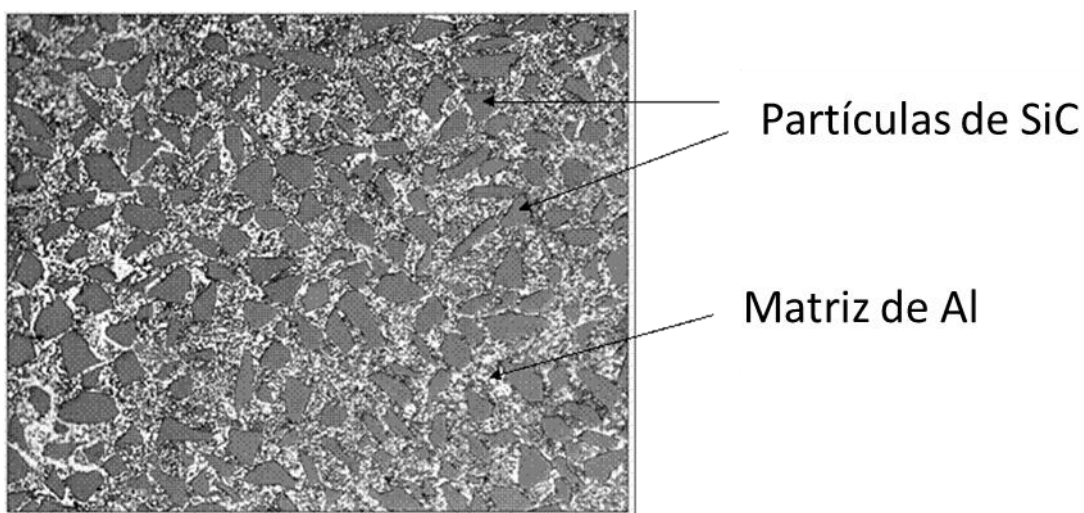


Figura 2.5 Imagen microscópica de AlSiC (10)

2.2 “Additive Manufacturing”

“Additive Manufacturing” (AM), es un proceso de impresión en 3D, que como su propio nombre indica, basa su tecnología en el apilamiento del material “capa sobre capa” formando, en su conjunto, la pieza en 3D. Esta técnica de fabricación admite principalmente, y de momento, materiales como plásticos, metales, y resinas fotosensibles, pero se estudia también con otros como cerámicas, hormigón, cristales etc. De una forma utópica se espera que en un futuro se pueda aplicar a la “*bio-impresión*”.

Mediante un programa informático de diseño asistido por computadora (CAD) para el moldeado de piezas en 3D, el programa informático de AM, lee el archivo de la pieza final y la fracciona en capas de grosores entre 20 y 100 μm , pudiendo añadir también varias capas de líquido, polvo o láminas de material. El equipo de fabricación de AM recogerá la información del capeado y fabricará la pieza a medida que produce y ensambla las capas de nuevo.

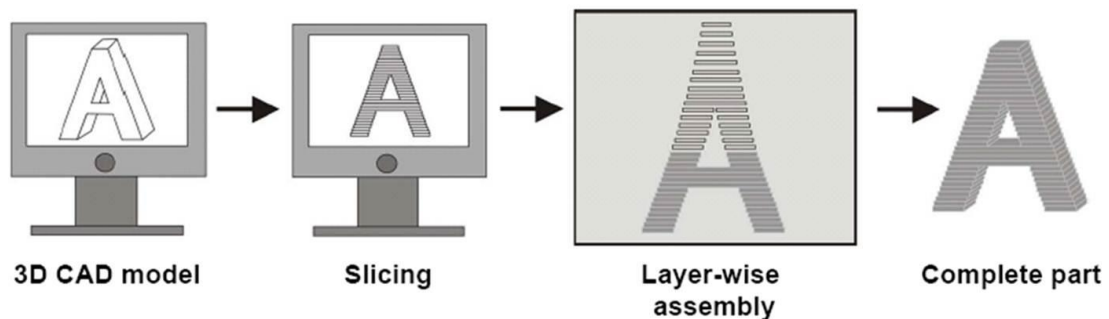


Figura 2.6 Secuencia del principio de AM. De izquierda a derecha: Modelado en CAD de la pieza. Rebanado horizontal en CAD la pieza. Ensamblar las capas en el proceso de fabricación. Pieza completa (22)

El término AM engloba una serie de tecnologías incluidos los subconjuntos “3D-Printing”, “Rapid Prototyping (RP)”, “Direct Digital Manufacturing (DDM)”, fabricación por capas (*layered manufacturing*) y fabricación aditiva (*additive fabrication*).

Si bien su reciente aplicación en RP se centra en la previa producción de modelos, recientemente las técnicas de AM se están centrando en acabados para productos aeroespaciales, dentales, implantes médicos y automóviles entre otros (23). En términos generales se está implantando como recurso para la fabricación de piezas complejas en series de volumen pequeño o medio.

Al no necesitar ningún tipo de utillaje como en los procesos de fabricación convencionales (forja, embutición, inyección a presión, mecanizado etc.) los costes en herramientas se verán reducidos considerablemente. Igualmente se evita las limitaciones geométricas que estos utillajes precisan como ángulos de desmolde, por lo que una de las mayores ventajas es el ahorro en materia prima desechable y su ilimitación geométrica.

Las desventajas de este proceso siguen siendo la velocidad de fabricación, el coste del tipo de materia prima válida para AM y las dimensiones de la máquina que limitan el tamaño de la pieza. En algunos procesos de AM la dirección en la que se apilan las capas puede perder la isotropía de la pieza. Y en el caso de algunos tipos de láseres y morfologías del polvo, el acabo superficial (24).

Son muchos los procesos que engloba el concepto de Additive Manufacturing según el estado de la materia de partida, (ver Figura 2.7).

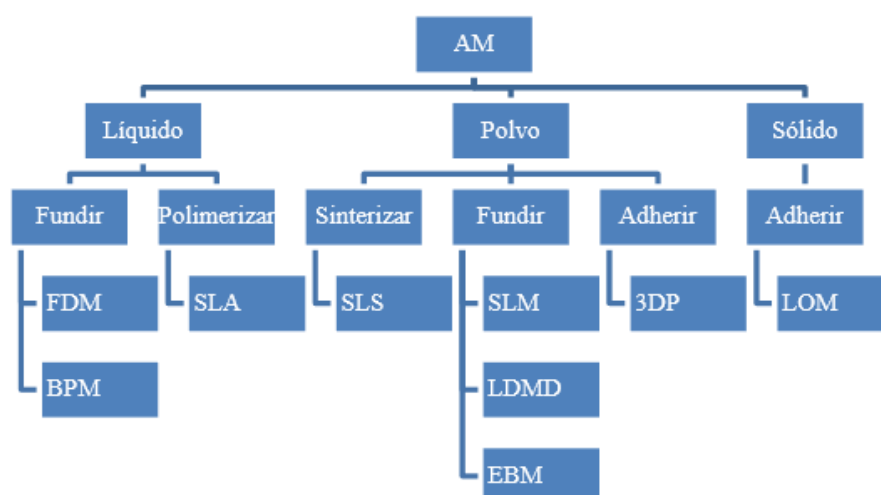


Figura 2.7 Clasificación de los procesos de AM según el estado inicial de la materia (25)

Si bien existe un amplio abanico de procesos, el principio de fabricación de AM se centra sobre todo en los procesos de estereolitografía (SLA), sinterizado y fundición laser (SLS y SLM) o impresión 3D (3DP), (26).

2.3 SLM

La técnica *Selective Laser Melting* (SLM) es un mecanismo de fabricación aditiva para procesar metales y es capaz de producir piezas de forma muy compleja directamente de polvo metálico a partir de ficheros CAD, diseñados previamente sin ser necesarios ni aglomerantes ni aditivos.

A diferencia de la técnica de *Selective Laser Sintering* (SLS), el proceso SLM funde directamente el polvo, mientras que el proceso de SLS sinteriza las partículas en estado sólido sin llegar a la temperatura de fusión, pudiendo controlar así la porosidad. Es por ello que no necesita, a priori, tratamientos térmicos posteriores y ahorra en tiempos y costes de fabricación. Sin duda es una de las mejores opciones para fabricar lotes medios de piezas metálica específicas como lo requiere por ejemplo la industrial dental, proporcionando un servicio en 48h.

2.3.1 Equipo y descripción del proceso

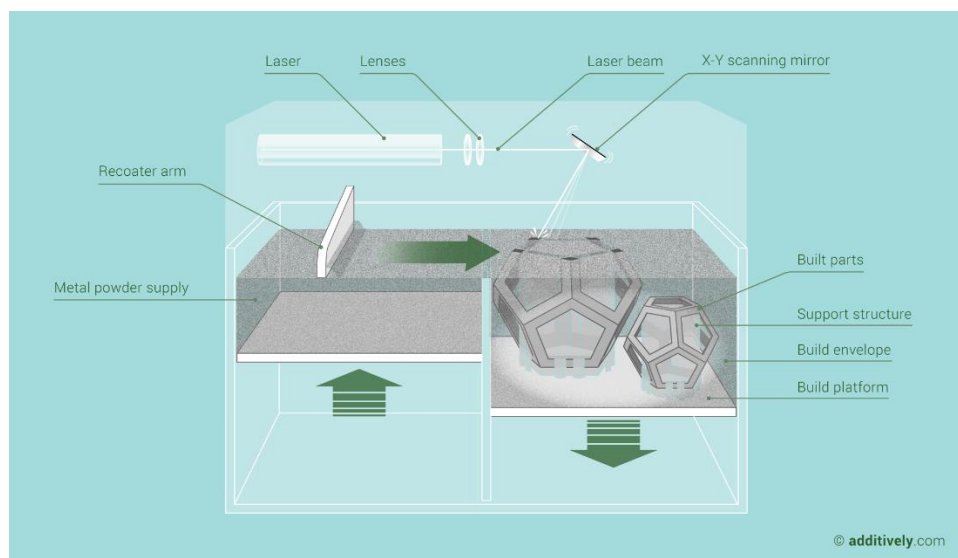


Figura 2.8 Prototipo de máquina para sinterizado por SLM (27)

El equipo consta principalmente de un láser y dos cajones de polvo metálico. Uno, el principal, donde se producirá la fundición de las capas y otro, auxiliar que almacenará más polvo para traspasar éste entre capas con la ayuda de un rodillo. Ambos cajones se mueven mediante sus respectivos pistones hacia arriba y hacia abajo.

El láser dibuja la capa en el polvo del cajón principal y una vez fundido el dibujo, el pistón del cajón lo hace bajar la misma distancia que espesor de capa se busca.

Mientras el primer pistón está bajando, se hace subir el auxiliar para, con ayuda del rodillo, traspasar el polvo al cajón principal para su nivelado. Sobre la nueva cama de polvo se dibujará la siguiente capa de la pieza y hasta completarla pieza diseñada.

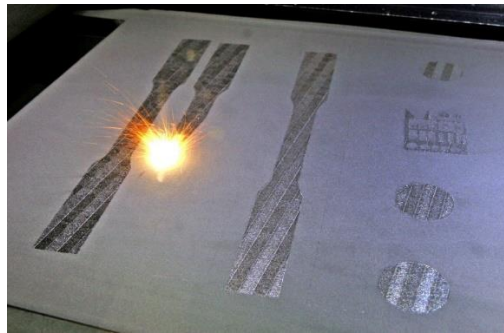


Figura 2.9 Sinterizado de capa mediante SLM (28)

2.3.2 Características del proceso

La exactitud de este proceso es perfecta para fabricar filigranas, moldes para inyección plástica o fundición, e incluso implantes humanos con una precisión de $50\ \mu m$. No tiene limitaciones geométricas como huecos o socavados por lo que su capacidad de individualizar las piezas es proporcional al número de variaciones que se pueden hacer en ellas.

Su velocidad de proceso puede llegar a estar entre 5 y $20\ \frac{cm^3}{h}$, consiguiendo estructuras homogéneas en toda la pieza y densidades del 100% mediante el apilamiento de capas de $20\ \mu m$ a $100\ \mu m$ dependiendo de la potencia del láser y la velocidad de escaneo.

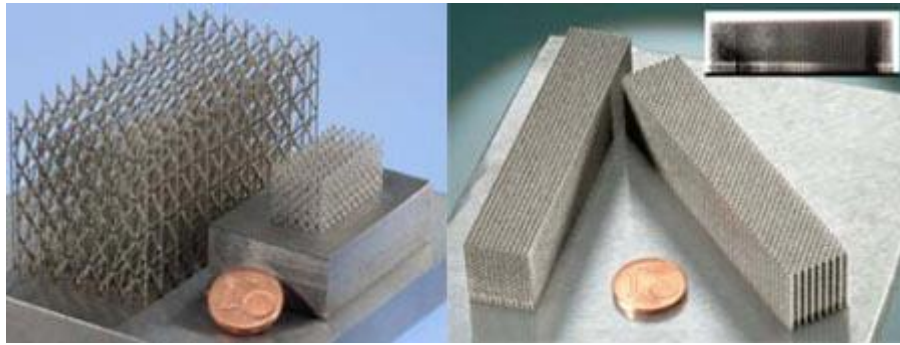


Figura 2.10 Ejemplo de estructura filigrana fabricada por SLM (29)

Los materiales que mejor resultado dan en este proceso de fabricación son los aceros de calidad y las aleaciones de titanio, aluminio y níquel con un tamaño de grano de entre $50\ \mu\text{m}$ y $60\ \mu\text{m}$ (30). Se requiere un polvo de partículas esféricas para su mayor fluidez y homogeneización (31).

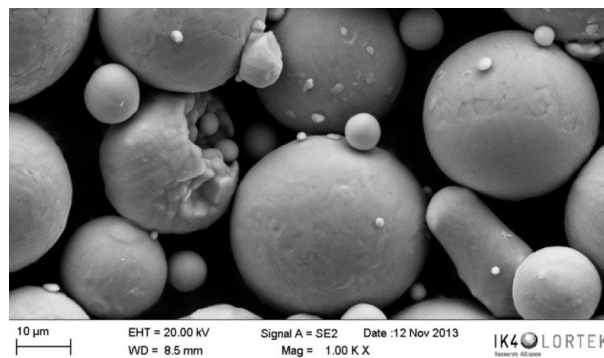


Figura 2.11 Imagen SEM del polvo Ti6Al4V (31)

2.3.3 Parámetros del proceso

La densidad de energía se considera el parámetro más importante que afecta a la calidad de las piezas fabricadas por SLM. La variable de la densidad de energía E se define en la siguiente Ecuación 2.2 mediante la potencia laser y la velocidad de escaneo (31):

$$E = \frac{P}{v * h * t} \left[\frac{J}{\text{mm}^3} \right]$$

Ecuación 2.2

P = Potencia del laser (W)

v = Velocidad de escaneo del laser $\left(\frac{\text{mm}}{\text{s}} \right)$

h = distancia entre cordones (mm)

t = espesor de la capa (mm)

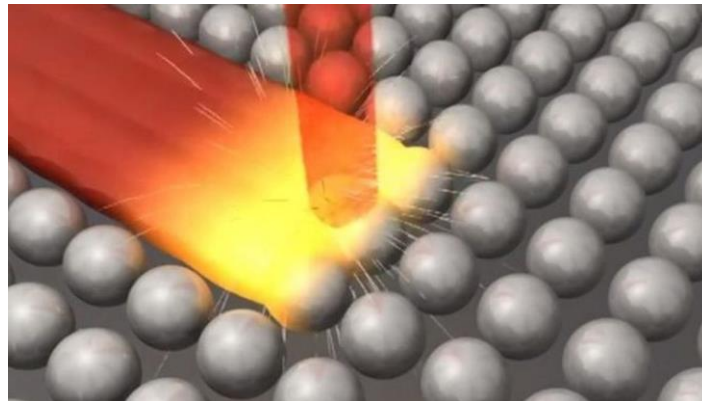


Figura 2.12 Principio de SLM (32)

La densidad de energía está directamente relacionada con los poros, las grietas y las faltas de fusión. Para evitar un acabado superficial rugoso, que suele estar entre las 5 y 20 μm , se recomienda re-fusionar la última capa. Si se emplea una densidad de energía elevada el material puede llegar a evaporarse y si de lo contrario se emplea una demasiada baja podemos no conseguir una unificación suficientemente densa entre partículas. En las siguientes figuras (Figura 2.13 y Figura 2.14), observamos a través de las microscopias su influencia en el acero.

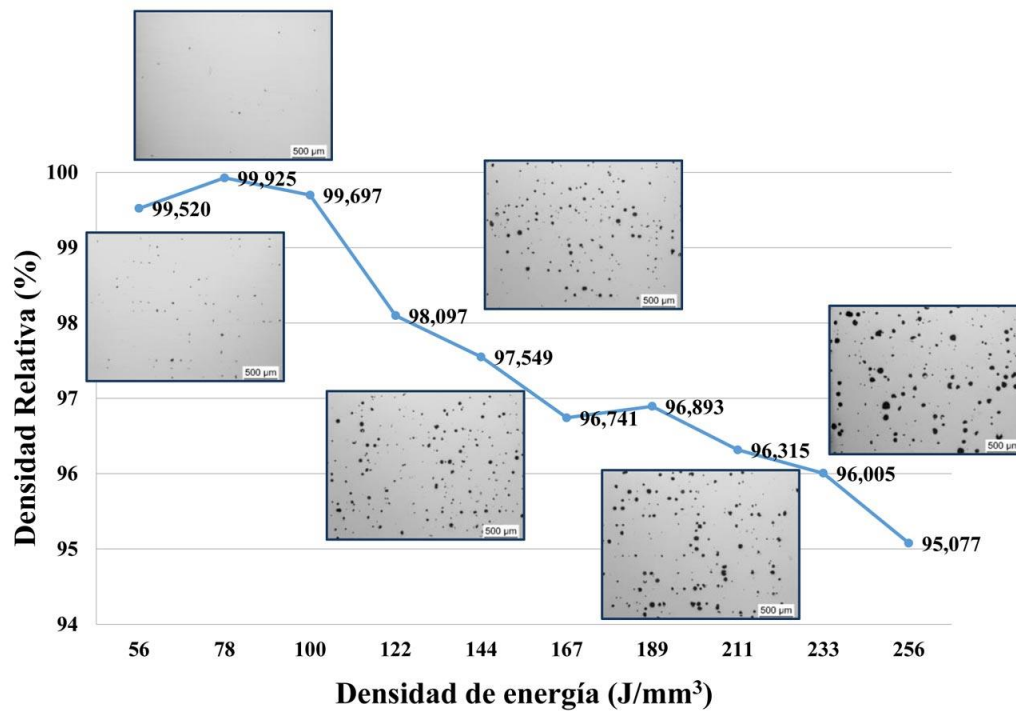


Figura 2.13 Influencia de la densidad de energía en SLM en los defectos de la fusión con E elevada en acero (31)

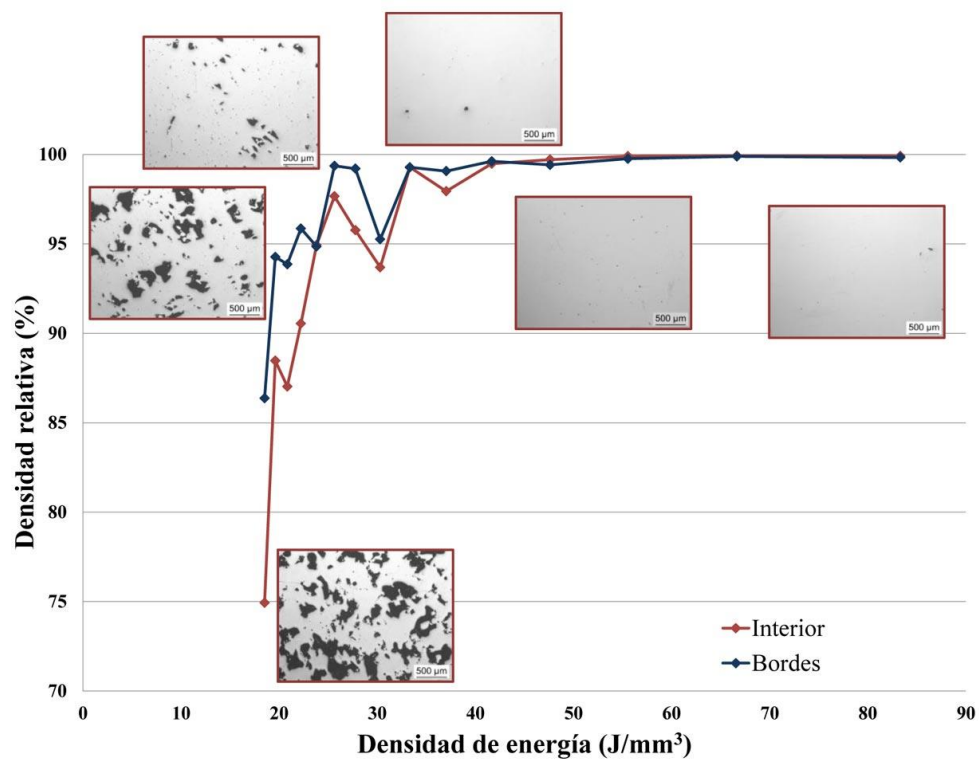


Figura 2.14 Influencia de la densidad de energía en SLM en los defectos de la fusión con E baja en acero (31)

Por lo general el comportamiento de los polvos metálicos en la fusión por SLM, depende su conductividad térmica, punto de fusión y reflectividad. Por parte del equipo de procesado por SLM la calidad de la pieza depende de la densidad de energía, es decir de las características del láser. Y la velocidad del proceso, de los parámetros geométricos del láser, ver Ecuación 2.3.

$$V_{proceso} = D_s * v_s * \Delta y_s \left[\frac{mm^3}{s} \right]$$

Ecuación 2.3

$D_s = \text{Diámetro del láser [mm]}$

$v_s = \text{Velocidad de escaneo} \left[\frac{mm}{s} \right]$

$\Delta y_s = \text{Espacio entre líneas de fusión, (0,7 veces el diámetro del láser) [mm]}$

2.3.4 Aluminio fundido a partir de SLM

El instituto alemán Fraunhofer ILT., especializado en tecnología láser, fue quién empezó a cualificar los aluminios y sus aleaciones para ser procesados por SLM. El principal objetivo es conseguir una densidad relativa del 100% sin grietas ni defectos en la fusión a través de la optimización de los parámetros de velocidad de escaneo y potencia laser.

En un primer estudio se consiguió esa aproximación con aleaciones de AlMg₃, AlMgSi_{0.5}, AlSi10Mg y por supuesto AlSi12, matriz del CMM del presente proyecto. Se estableció una potencia mínima para su fusión de 150 W para la potencia del láser y una velocidad mínima de 50 mm/s para adquirir capas de 50 μm de grosor. A una potencia de 250 W se observó que la fusión aceptaba incrementar también la velocidad de escaneo.

El estudio de Aluminio, al tratarse de un material con una alta conductividad térmica, se basa en mantener los parámetros geométricos del láser (diámetro) fijos e ir aumentando su potencia para conseguir mayor intensidad de fusión. Esta línea de investigación simplifica la de los materiales de baja conductividad en las que si es necesario ajustar el diámetro para aumentar la potencia y esto se resume en una peor precisión.

En la siguiente Figura 2.15 se puede comprobar la densidad relativa del aluminio a diferentes parámetros de fundición.

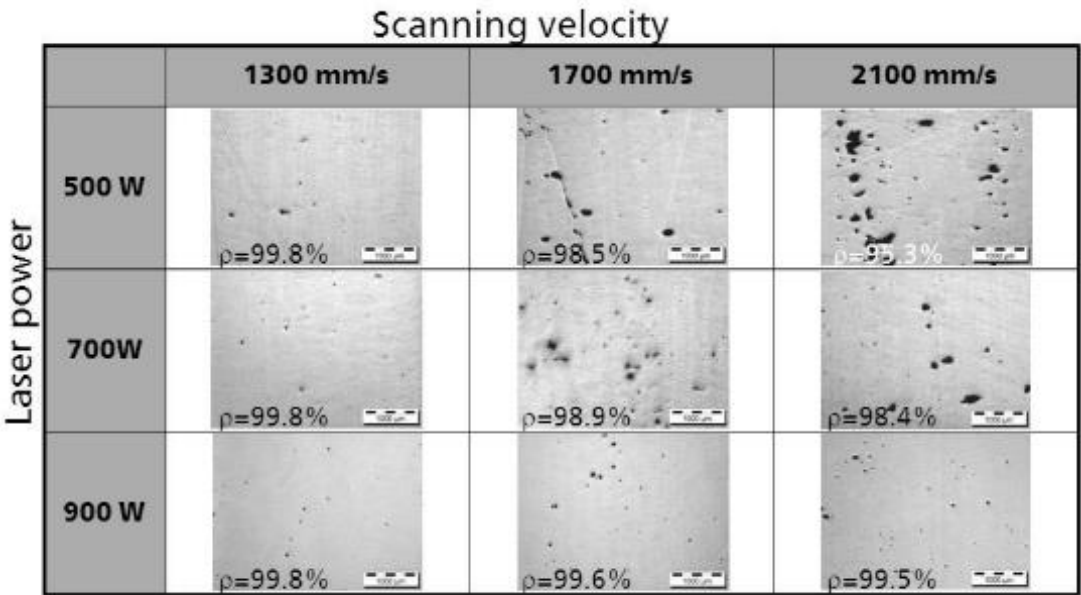


Figura 2.15 Inspección visual de densidades relativas de Aluminio en función de la potencia laser y su velocidad de escaneo (33)

El tiempo de interacción del láser con el polvo no supera los 400 μ s, dato en función de la velocidad de escaneo y la posibilidad de un precalentamiento. A mayor velocidad más rápido es el enfriamiento y se obtendrá una microestructura más fina y detrítica.

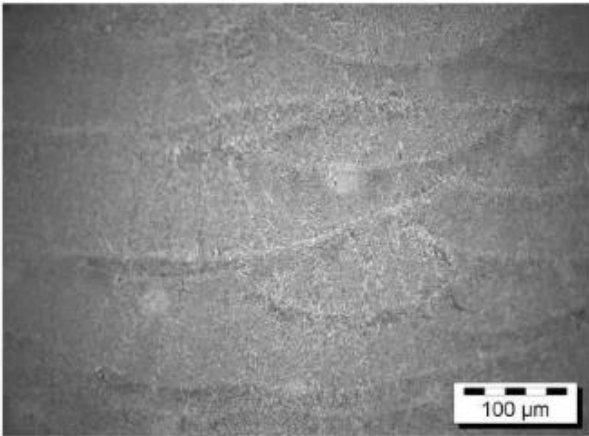


Figura 2.16 Microestructura de Al-Si a v= 2100 mm/s y P=900W (33)

La dureza, siendo la principal propiedad mecánica, no se ve aumentada en función de la velocidad de escaneo permaneciendo siempre cerca del mismo valor HV, pero si se nota una ligera diferencia variando el espacio entre líneas fundidas, ver Figura 2.17.

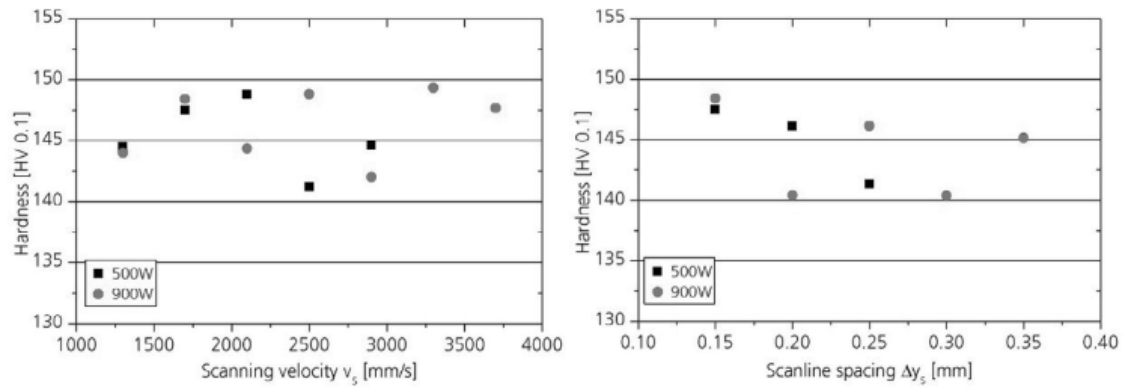


Figura 2.17 Izquierda: Dureza en función de la velocidad de escaneo. Derecha: Dureza en función del espacio entre líneas fundidas (33)

2.3.5 Otros procesos de fabricación AM

2.3.5.1 SLA

Esta tecnología láser, que basa su funcionamiento en la foto-solidificación, emplea una luz ultravioleta que cura el material capa por capa a partir de resinas fotopolímeras, es decir que son sensibles y reaccionan con la luz de cierta longitud de onda.

El proceso tiene lugar en un tanque de resina en la que se dibuja con luz ultravioleta el contorno de la sección transversal de la pieza, aportándole el calor suficiente para curar la capa determinada. La plataforma del tanque se mueve con ayuda de un pistón hacia abajo según el grosor de la siguiente capa que se curará sobre la anterior (ver Figura 2.18).

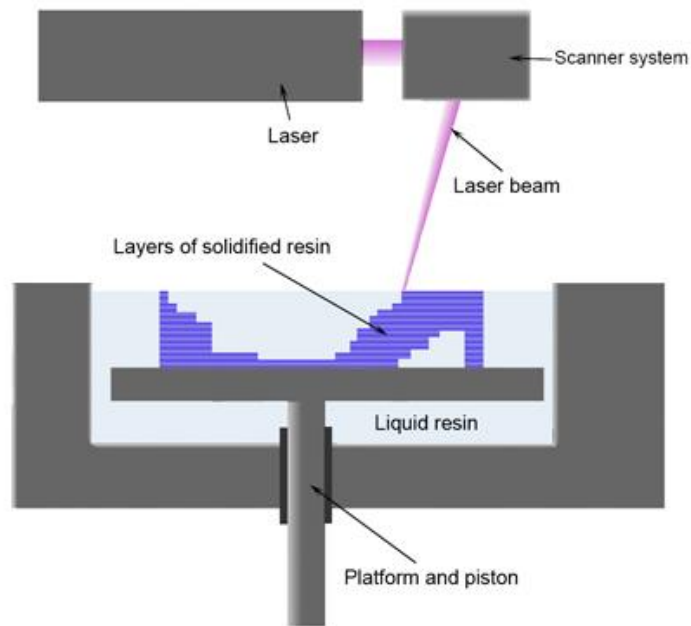


Figura 2.18 Equipo SLA con tanque de resina (34)

El inconveniente de esta técnica frente a la de SLS o SLM es que necesita soportes internos que eviten la deflexión de la pieza a medida que va creciendo la estructura. Estos soportes se diseñan junto a la pieza en CAD antes de iniciar su fabricación. Depende del tamaño de la pieza, el tiempo de proceso de fabricación que podría estar entre una hora y un día.

Su ventaja no es otra que un mejor acabado superficial y menor porosidad ya que no influye el tamaño de partícula como en el caso de SLS.

2.3.5.2 FDM

Fused Deposition Modeling (FDM), es un proceso orientado que implica el uso de termoplásticos los cuales son inyectados a través de una boquilla trazando la sección transversal. El polímero cambia a un líquido tras la aplicación de calor y solidifica a un sólido cuando se enfría. Puede ser necesario añadir soportes auxiliares para algunos modelos. El tratamiento posterior es similar al de SLA ya que los modelos se pueden mecanizar o utilizar como patrones.

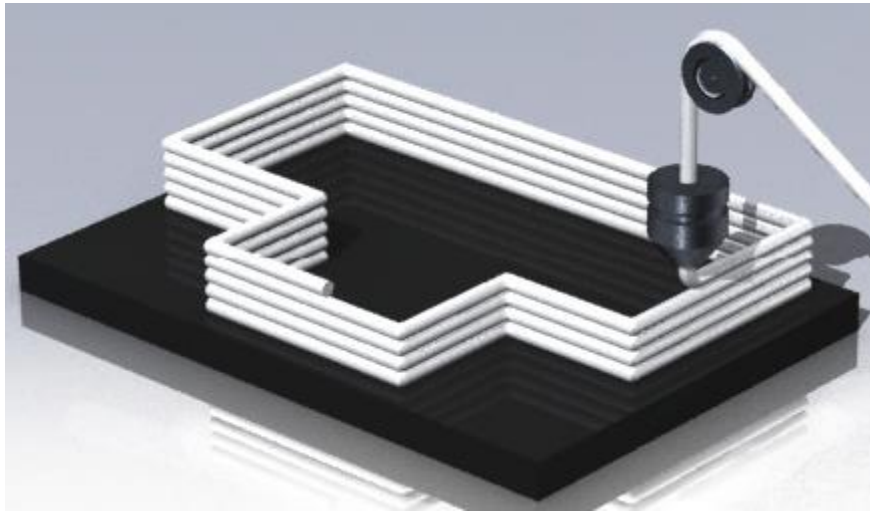


Figura 2.19 Proceso FDM (35)

2.3.5.3 Impresión 3D

Este proceso construye modelos directamente de un contenedor de polvo de materiales en base a yeso o almidón. A través de un cabezal de inyección se aplica tinta y aglomerante sobre la capa diseñada para que esta solidifique con la opción de colorearla, característica exclusiva en Additive manufacturing.

Al construirse el modelo sobre un polvo, su fabricación no necesita apoyos para evitar su deformación durante la solidificación.

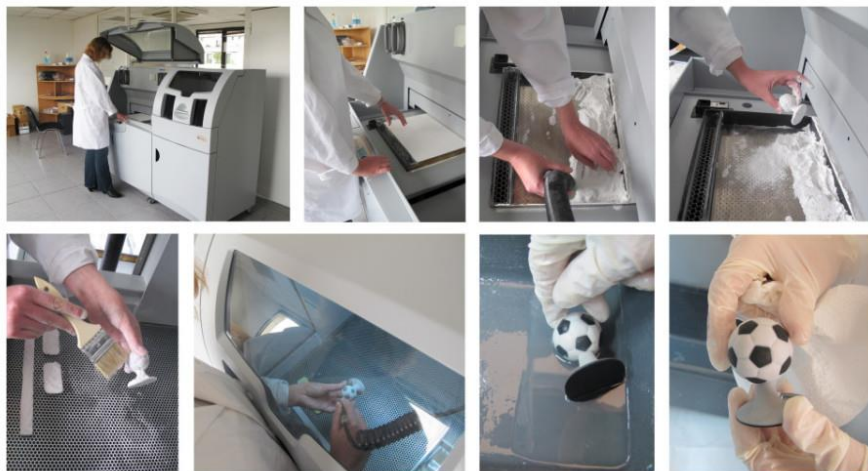


Figura 2.20 Proceso de impresión 3D y acabados (36)

2.4 Aleación mecánica

La aleación mecánica (MA) es una técnica desarrollada en los años 60 por John S. Benjamin en los laboratorios INCO, en la que se pueden obtener polvos de materiales elementales en fases de equilibrio o no-equilibrio por medio de una molienda de alta energía. Se trata de un proceso de fabricación que mejora las propiedades resultantes de los materiales compuestos de matriz metálica (MMC) en comparación con el proceso de atomización, hasta entonces la forma más eficaz para la obtención de polvos prealeados.

La aleación mecánica se lleva a cabo únicamente en estado sólido por lo que el diagrama de fases no supone ninguna limitación a la hora de manipular los materiales. De esta manera se han llegado a conseguir aleaciones nuevas o poco comunes, como las compuestas por elementos inmiscibles, materiales con diferentes puntos de fusión, difíciles de unir homogéneamente o polvos con ductilidades opuestas.

El proceso consiste en preparar previamente una mezcla de polvos homogéneamente, y cargar la mezcla en una cámara con bolas. Mediante el movimiento de las bolas, ya sea moviendo la cámara o por medio de unas hélices, se busca la colisión de estas entre sí o contra las paredes interiores de la cámara, atrapando el polvo entre ellas.

Dicha mezcla es molida durante el tiempo necesario para obtener un estado estable. Entre fracturas y soldaduras de las partículas, estas tomarán una forma equiaxial conteniendo la misma proporción de polvos mezclados inicialmente. Cabe destacar que en ocasiones no se llega al estado estable con el objetivo de conseguir unas propiedades específicas o para formar fases metaestables (37) .

Principales características de la aleación mecánica:

1. Dispersión fina de partículas en segunda fase
2. Extensión de los límites de solubilidad del sólido
3. Refinamiento del tamaño del grano a escala nanométrica
4. Síntesis de nuevas fases cristalinas o casi cristalinas

5. Desorden de fases ordenadas intermetálicas
6. Posibilidad de alear elementos de difícil aleación
7. Inducción de reacciones químicas a bajas temperaturas

2.4.1 Principio de molienda, colisión de las bolas

El polvo llega a posicionarse entre dos bolas que chocan entre sí, sometiéndose entonces a una energía de deformación. Esta energía da lugar a una transformación de partículas, disminuyendo o incluso aumentando su tamaño entre constantes fracturas y soldaduras de partículas. La variable que más influye en el aumento o disminución del grano es la ductilidad del material a moler. Cuanto mayor es esta característica, mayor tendencia tendrá el polvo a laminarse y formar partículas de mayor tamaño.

Por el contrario cuanto más frágil sea el material, más fácil será pulverizarlo a escala nanométrica. La cantidad de polvo que se atrapa dependerá de las dimensiones de las bolas y del tamaño inicial de la partícula.

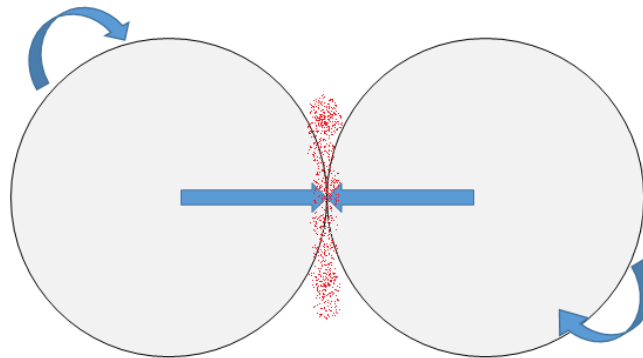


Figura 2.21 Interactuación de bolas con partículas de polvo

La forma esférica proporciona teóricamente una zona de contacto puntual entre las bolas, por lo que la energía de deformación que sufre el material posicionado entre dos de ellas en el momento de la colisión, sería infinita.

Pero en un contexto real, las bolas al colisionarse no lo hacen únicamente en un punto sino que se genera un área de contacto debido a la presión de Hertz (38) (ver Figura 2.22).

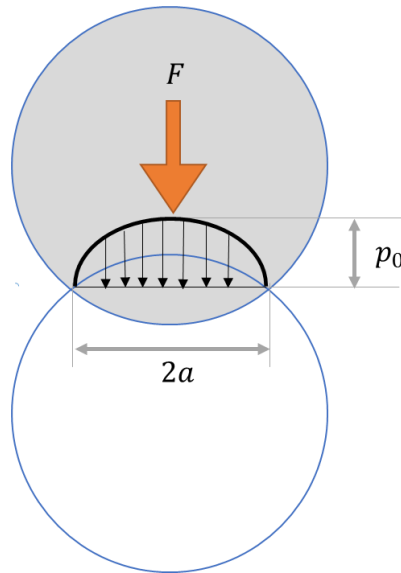


Figura 2.22 Diagrama de esfuerzos en el choque de dos bolas.

El área de contacto supone un círculo de radio a , que resultará en función del radio de las bolas empleadas y estará sometida a un gradiente de presiones siendo máxima en el centro. Se calcula según por medio de la Ecuación 2.4:

$$p_0 = \sqrt{\frac{F * E}{2\pi r 2a (1 - v^2)}} \quad [Pa]$$

Ecuación 2.4

F = Fuerza de colisión

E = Modulo de elasticidad de las bolas

v = Coeficiente de Poisson

p_0 = Presión de Hertz

r = radio de las bolas

Cuanto más pequeñas sean las bolas de molienda, más nos acercaremos al caso ideal mencionado anteriormente.

Como último aspecto, hay que hacer hincapié en la energía cinética que alcanzan las bolas antes de chocar entre sí. Su forma de cálculo no es otra que aplicando la siguiente Ecuación 2.5 para la energía cinética E_{cin} .

$$E_{cin} = \frac{m * v^2}{2} [J]$$

Ecuación 2.5

m = masa de la bola
 v = velocidad de impacto

2.4.2 Transformación del polvo y etapas principales

Depende de las características iniciales del polvo son numerosos los fenómenos que intervienen en el proceso de aleación mecánica. Se describen en función del tiempo y condiciones del proceso, por lo que para familiarizar al lector se procederá a explicar el análisis evolutivo dúctil-dúctil y dúctil-frágil, con los modelos de S.Benjamín (ver Figura 2.23 y Figura 2.24) (39).

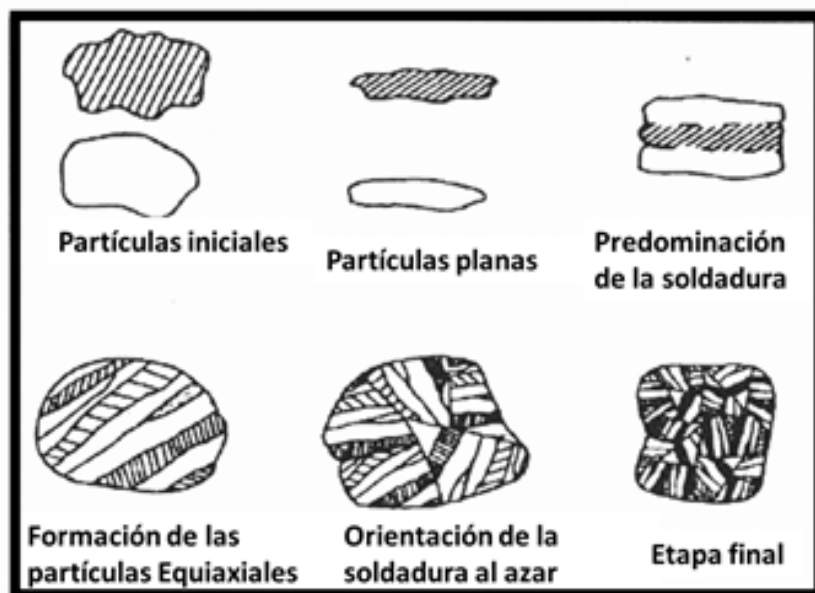


Figura 2.23 Etapas de la partícula en la aleación mecánica entre materiales dúctil-dúctil, (39)

2.4.2.1 Inicial

Se refiere únicamente a los primeros instantes de la molienda en los que las partículas de polvo empiezan a adquirir una forma de lámina o cuanto menos aplastada. En esta etapa la distribución granulométrica no cambia.

2.4.2.2 Predominio de la soldadura

En esta etapa las láminas empiezan a soldarse en paralelo y aumentan el espesor de las partículas y su dureza. El volumen en este caso disminuiría si se compara con el de las partículas equiaxiales ya que aún están en fase laminar.

2.4.2.3 Formación de partículas equiaxiales

Debido a la pérdida de ductilidad y su endurecimiento por el trabajo en frío, el proceso evoluciona en forma de partículas equiaxiales mientras desaparece la forma laminar.

2.4.2.4 Soldadura orientada al azar

Es en esta etapa donde el proceso sufre un incremento en la fractura de las partículas. Al soldarse sin ningún tipo de orientación ordenada, forman definitivamente partículas equiaxiales.

2.4.2.5 Final o régimen permanente

Finalmente el polvo y sus partículas avanzan hacia un afinamiento microestructural y evolucionan homogéneamente.

Cada partícula de polvo lleva la composición deseada, constituida por el las partículas de polvo prealeadas equivalentemente en su porcentaje de composición.

2.4.2.6 Diferencias entre las combinaciones dúctil-dúctil y dúctil-frágil

En el caso de la combinación de materiales dúctil-frágil la evolución presenta algunas diferencias con respecto a la combinación dúctil-dúctil ya que las partículas aleadas de la matriz hacen de soporte para las soldaduras del refuerzo a la vez que se constituye, ver Figura 2.24.

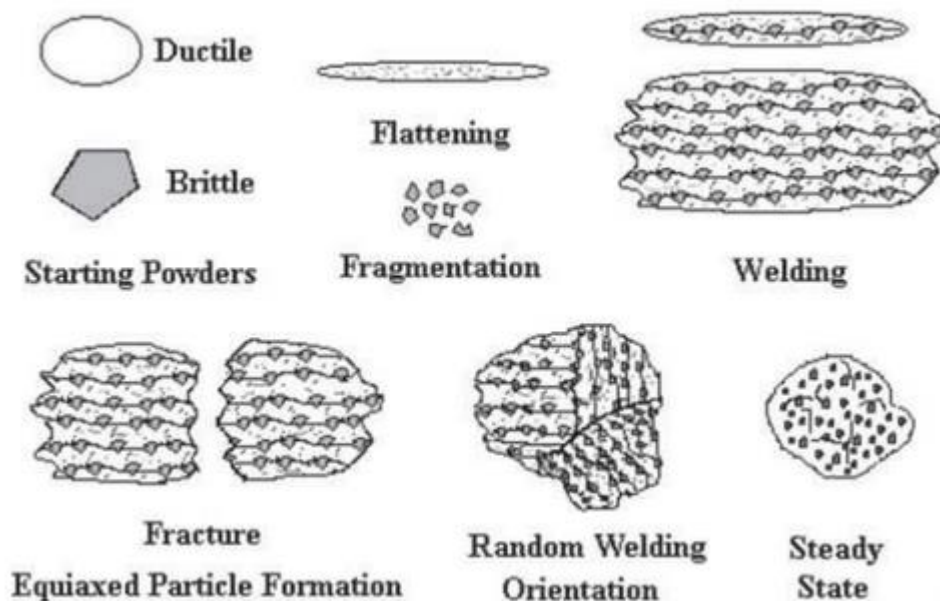


Figura 2.24 Etapas de la partícula en la aleación mecánica entre materiales dúctil-frágil (40)

En la etapa inicial se deforma por un lado el material dúctil pero por el otro se fractura el material más frágil. En la fase donde predomina principalmente la soldadura, las partículas frágiles se sueldan a las partículas laminadas de la matriz, a la vez que se siguen fracturando y distribuyendo homogéneamente. El estado final del material compuesto son partículas dúctiles cargadas con partículas más pequeñas de material frágil (41).

En la siguiente Figura 2.25 se puede observar como la densidad aparente de la partícula varía con el tiempo de molienda acorde con el modelo descrito en Figura 2.23. Esta disminuye en la fase de predominio de la soldadura y recupera su morfología hasta mantener un valor constante.

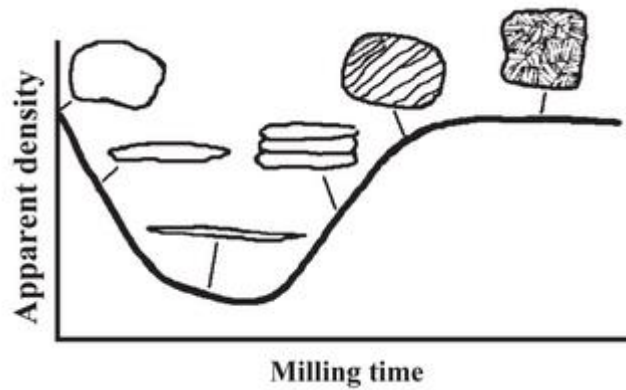


Figura 2.25 Evolución de la densidad aparente frente al tiempo de molienda (42)

2.4.3 Variables del proceso de aleación mecánica

Aun siendo la secuencia de pasos en la aleación mecánica en general siempre la misma y común para cualquier producto final deseado, habrá que ajustar según las materias primas y las propiedades buscadas la temperatura del proceso, el tipo de molienda y su consolidación.

El proceso de aleación mecánica comienza con el mezclado de polvos en una relación acorde con el medio de molienda que en general suelen ser bolas de acero.

Finalmente el polvo molido se consolida y se le da un tratamiento de calor para obtener acorde a las propiedades deseadas.

2.4.3.1 Materias primas

Las materias primas para alear son comerciales y comunes con un tamaño de grano entre 1 y 200 μm . Siendo el tamaño de partícula poco relevante tenemos que tener en cuenta que debe ser siempre menor que las bolas escogidas para su molienda, ya que las partículas se verán reducidas al poco tiempo de empezar a moler.

Los polvos molidos entran dentro de categorías como metales puros, aleaciones madre/maestra o polvos prealeados y compuestos refractarios.

Para la investigación sobre la formación de fases, entra en juego una adecuada pureza de los elementos debido a que, a menudo, la fase final depende de la naturaleza del sistema y de las impurezas que este pueda contener derivando también su constitución química. Los materiales con un refuerzo disperso suelen contener partículas en segunda fase como carburos, nitratos y óxidos, siendo estos últimos los más comunes.

Si bien se comenzó reforzando los materiales en un 15% en volumen de un elemento dúctil y deformable a compresión, tiempo más tarde se realizaron con éxito moliendas con materiales frágiles para formar aleaciones.

Prescindiendo de la condición de ductilidad en los materiales obtenemos como resultado la posibilidad de producir aleaciones nuevas con mezclas entre elementos de diferentes ductilidades (43).

- a) **Dúctil-dúctil:** En este caso los aglomerados de partículas, forman soldaduras con estructura laminar, las cuales, irán perdiendo dicha forma y dejando un material homogéneo a lo largo del proceso.
- b) **Dúctil-frágil:** El polvo más frágil sufre una dispersión rápida y gracias al calor propio del proceso se difunde con mayor facilidad dentro del material dúctil.
- c) **Frágil-frágil:** Con esta combinación se consiguen capas muy finas, que pueden inducir a la formación de aleaciones.

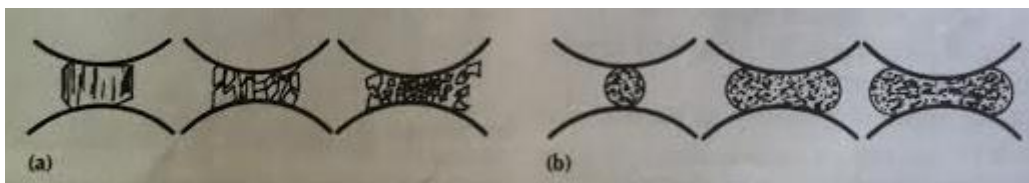


Figura 2.26 Efecto tras el impacto en (a) Partículas frágiles. (b) Partículas dúctiles. (37)

2.4.3.2 Agente controlador del proceso

El Agente controlador de procesos o *Process Control Agent* (PCA), se añade principalmente a la molienda cuando empleamos una cantidad significativa de material dúctil. Como ya hemos mencionado antes, la ductilidad del material tiende a la soldadura en frío por lo que habrá que controlar, no solo la soldadura entre partículas, sino también con el medio de molienda, es decir a las paredes de la vasija y a las bolas empleadas.

Este agente suele tratarse de un compuesto orgánico tensoactivo, el cual es absorbido por la superficie de la partícula interfiriendo en la soldadura fría del proceso, rebajando las tensiones superficiales del sólido. El PCA principalmente suele contener oxígeno, carbono y nitrógeno, que dependiendo de la pureza se descompone durante la molienda y contamina la mezcla de polvos.

Precisamente son los hidrocarburos y los carbohidratos los que facilitan la dispersión de las tensiones superficiales debido a las condiciones de dispersión de estas partículas de segunda fase en la matriz metálica. El hidrogeno por el contrario al ser calentado, escapa en forma de gas o es absorbido por la estructura metálica. La soldadura en frío también se puede reducir usando aire como PCA.

Si se reducen las tensiones superficiales obtendremos directamente menores tiempos de molienda y polvos más finos evitando aglomerados. Esto se debe a que la energía requerida para el proceso es producto del nuevo área generado por la tensión superficial (37).

2.4.3.3 Razón bolas-carga

Se trata de una relación en peso que determina la cantidad de bolas por unidad de carga que tendremos que emplear en función del objetivo y la aleación. Su rango dentro de la media va desde 5:1 a 50:1, dependiendo del tipo de molino e indica indirectamente el número de colisiones que se quiera tener durante el proceso. A más bolas más colisiones y con ello el aumento de temperatura, que acabará por facilitar la difusión. Lo

normal en molinos pequeños es una relación 10:1 o 20:1 mientras que en molinos grandes supera el 50:1.

2.4.3.4 Contaminación bolas-polvo

Es importante durante los primeros minutos contaminar las bolas con el polvo prealeado. Es decir se harán girar bolas y polvo dentro de la vasija durante 5-10 min a baja velocidad. Esto ayudará en gran parte a que no se pegue el polvo en el interior de la vasija ni a las bolas, y evitará un cambio brusco en la temperatura de molienda preservando el material.

No confundir la contaminación de las bolas con la contaminación del polvo, ya que esto segundo se debe al desprendimiento del material de molienda alterando la composición de nuestro material compuesto. Se recomienda emplear materiales de molienda iguales al material a moler.

El PCA y la atmósfera no suponen una gran contaminación para el polvo pero es más sutil de lo que parece. Pueden llegar a formar compuestos no deseados decisivos en la formación del material como el carbono o el oxígeno (44).

2.4.3.5 Atmósfera de molienda

Este parámetro aunque no influye en el material final, es importante controlarlo para la protección de nuestro polvo. Se busca prevenir la oxidación y la contaminación de las partículas y por ello es necesario hacerle vacío a la cabina de molienda antes de comenzar. Para moliendas de alta energía y tiempo de molienda prolongados es necesario también el control de la atmosfera llenándola de gas inerte. Debido a la intensidad de la molienda y la temperatura, si entran en contacto con el aire el polvo puede quemarse. Debido a esto, cuando se quiera retirar el polvo directamente tras el proceso, es necesario hacerlo también dentro de una caja con atmósfera controlada y guantes.

2.4.3.6 Intensidad de molienda

La intensidad de molienda es una variable crítica en la energía de molienda y es directamente proporcional a las características del polvo previas y durante el proceso. Para incrementar la intensidad se puede aumentar el número de bolas, la velocidad de colisión o la densidad del material. La energía de molienda es un parámetro del que no se debe abusar ya que al aumentar la energía de colisión esta se disipa en forma de calor y el control de la temperatura interna de la vasija también es una variable a considerar (ver 2.4.3.9). Favorablemente también la energía de molienda también se disipa en forma de deformación (45).

2.4.3.7 Tiempo de molienda

El tiempo de molienda es el parámetro más importante que depende de otras variables como la carga, la velocidad y la temperatura. Según el tipo de molino será necesario un tiempo u otro para el mismo proceso. Un mismo proceso de 20 min, en un molino vibratorio de alta energía puede equivaler a 20 h en uno de baja energía. La diferencia no solo existe en la segregación por energías sino que dentro de un mismo grupo los tiempos varían lo suficiente para su consideración. En la siguiente Figura 2.27, podemos comparar dos molinos considerados de alta energía trabajando con el mismo objetivo. (46)

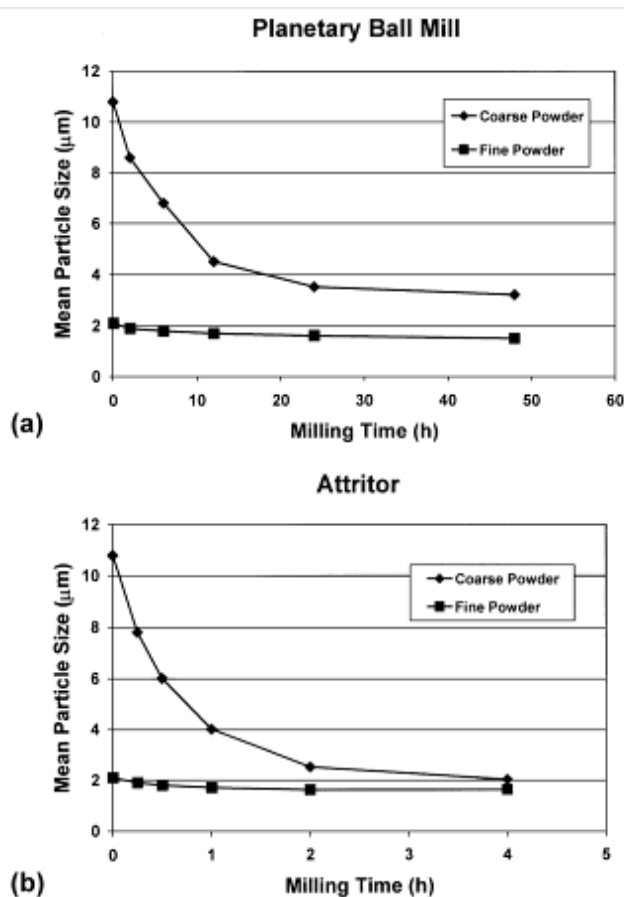


Figura 2.27 Tiempo necesario para alcanzar tamaños de partícula semejantes de TiB_2 en (a) Molino planetario (b) Attritor (46)

2.4.3.8 Velocidad de molienda

La intensidad de molienda junto a la energía son los factores que determinan la velocidad del proceso. A mayor velocidad mayor energía es transmitida al material y menores son los tiempos del proceso, lo que conlleva una mayor eficacia global. No obstante existen riesgos y limitaciones en exceder la velocidad del proceso tanto para la máquina como para el material. Al forzar el medio de molienda, éste puede llegar a contaminar el polvo ya que se pueden ver desprendidas partículas de las paredes internas de la cámara, bolas y hélices. Si la velocidad es muy elevada las bolas quedarán ancladas o clavadas en la pared debido a que la fuerza centrífuga superará a la de la gravedad y esto restaría en el impacto de las bolas, principio con el cual se cuenta en la mayoría de los molinos. (Ver apartado 2.4.3.11)

Una excesiva velocidad de molienda y la contaminación pueden derivar en una sobresaturación del sólido, lo que endurecería nuestro material más de lo esperado. Contra este factor también influye la temperatura que en caso de no controlarse podría tener el efecto contrario de disolución del sólido (47).

2.4.3.9 Temperatura de molienda

Lógicamente es muy importante controlar este parámetro para no arruinar el proceso de aleación mecánica desde el principio. La velocidad y la carga del recipiente son factores claves en el aumento de la temperatura. Esta variable favorece la soldadura de las partículas pero también su disolución.

2.4.3.10 Nivel de llenado de la vasija

Por lo particular no es una variable que afecte al material pero si al proceso de aleación mecánica. Si la cantidad de bolas y polvo es pequeña disminuirá la velocidad de producción, y si es demasiado grande la energía de impacto será insuficiente por no haber espacio para las colisiones.

2.4.3.11 Tipos de Molinos

Generalmente los molinos están compuestos por una vasija, y el medio de molienda, principalmente bolas que giran sobre su eje axial en horizontal. Los tipos de molinos son varios dependiendo entre otros de su capacidad de carga, velocidad de funcionamiento, energía y eficiencia de molienda, así como características extras de refrigeración o calentamiento. Entre los más destacados podemos encontrar molinos planetarios, molinos excéntricos o de impacto, molinos controlados por fuerzas magnéticas, molinos vibratorios pero en concreto podríamos dividir los tipos de molinos en dos categorías principales; molienda de alta energía (“atritors”) o de baja energía (48).

Dependiendo del objetivo de la molienda, se elegirá el grado de energía apropiado y en consecuencia el tipo de molino. Por ejemplo, las características de un molino para objetivos más acordes a un proceso de molienda mecánica (MM), reducción del tamaño de grano del material de partida o mezclado de materiales en estado sólido, difieren de

aquellos que buscan una reacción entre los materiales que componen la mezcla, MA, o un cambio de fase estructural, como son los procesos de dinámica molecular (MD) (46).

Debido a la simplicidad de su mecanismo y la regulación de sus parámetros, el molino de bolas es aplicable en un amplio abanico de procesos como los mencionados anteriormente.

2.5 Atritor

2.5.1 Descripción del molino y funcionamiento

El atritor tiene una vasija más grande de lo común y se puede encontrar en diferentes tamaños y capacidades. Por lo general es de acero inoxidable pudiendo estar recubierto por dentro de carburo de silicio, nitrato de silicio, alúmina etc. También admite varios tipos de bolas, pudiendo ser estas de una variedad de materiales muy amplia, entre los que se encuentran cristal, cerámicos, aceros o incluso piedras de pedernal.

Es un molino de bolas de alta energía, que al contrario que el resto de molinos vistos anteriormente, tiene en su interior un dispositivo de hélices a modo de impulsor, encargado de hacer girar las bolas y el polvo a velocidades controladas. El motor hace girar el conjunto de hélices y estas transmiten el movimiento a las bolas, quedando la vasija inmóvil. Su principio de molienda se basa, como en el resto de molinos, en hacer chocar las bolas entre sí o contra las paredes internas de la vasija, pero con el añadido de que el polvo también se verá transformado al chocar las bolas contra el eje y las hélices, aumentando su eficacia. Las partículas son sometidas en seco a fuerzas de impacto, de rotación y de cizallamiento, y debido a la colisión entre partículas y al deslizamiento de las bolas, se obtiene la forma esférica más perfecta a escala micrométrica entre los diferentes tipos de molinos.

La energía de molienda es mucho menor en el attritor, no superando las bolas una velocidad de 0,5 m/s. En una molienda con attritor se pueden usar bolas de menor diámetro que en el resto de molinos, concretamente entre 3mm y 10mm.

Estos molinos controlan muy bien la temperatura de la vasija mediante una camisa de tanque que la rodea, pudiendo regular el calor que se disipa en el interior.

Hoy en día se comercializan atritors tanto en modelo vertical como horizontal, en concreto estudiaremos el attritor horizontal Zoz GmbH.

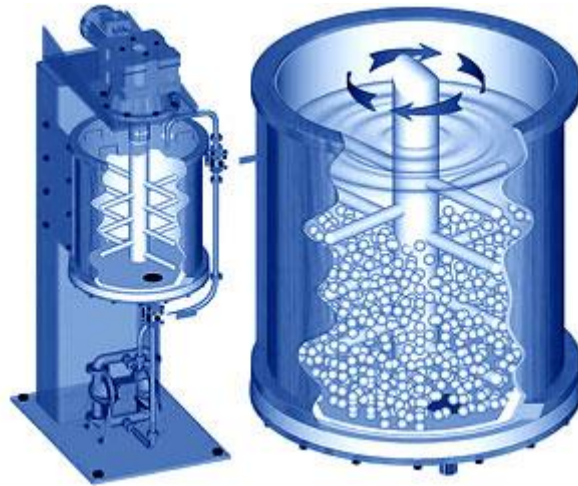


Figura 2.28. Atritor vertical. (49)

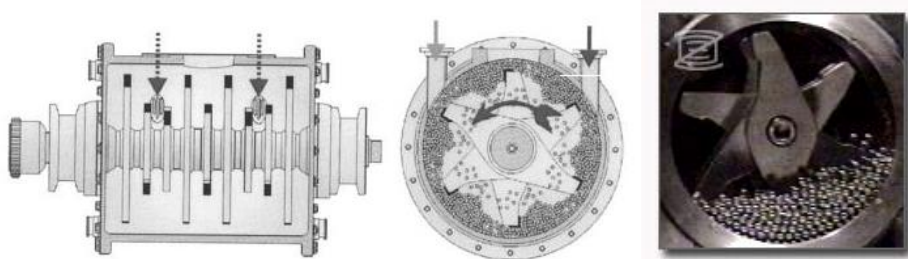


Figura 2.29 Detalle del interior de un attritor horizontal en funcionamiento. (46; 38)

Las ventajas de un atritor horizontal tipo Zoz frente a un attritor convencional son considerables:

1. Proporciona una velocidad relativa tres veces mayor que uno convencional
2. Opera, carga y descarga tanto en atmósfera al vacío como inerte
3. Debido a su horizontalidad se eliminan puntos muertos en la molienda y la gravedad no influye negativamente en el proceso.
4. Se puede moler por lotes programados

2.5.2 Otros tipos de molinos

2.5.2.1 Molino vibratorio

Este molino se usa principalmente en laboratorios para moler muestras de entre 10-20g. Su mecanismo de “ida y vuelta” hace girar el vaso contenedor a 1200 rpm. aprox. Por lo que las bolas alcanzan una velocidad de 5 m/s en una amplitud de 5cm, esto se traduce en una gran energía de impacto al chocar las bolas con las paredes del vaso atrapando al polvo entre ellos. El molino también reproduce un movimiento lateral que facilita ese choque.

Debido a la energía de molienda es muy importante la dispersión de calor. Las desventajas de este molino son que debido al movimiento repetitivo del vaso, haciendo ochos, el polvo siempre será movido en la misma forma, y las bolas rodarán más por las paredes que chocarán.

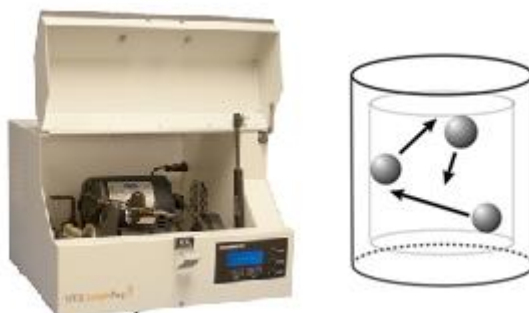


Figura 2.30 Molino/Mezclador SPEX 8000 y diagrama interior (50; 46)

2.5.2.2 Molino planetario

Este molino tiene capacidad para moler unos cientos de gramos de polvo y le da nombre su peculiar movimiento de los frascos con polvo y bolas. Sobre un disco en horizontal se sujetan varios vasos que giran con el disco y a su vez giran sobre su propio eje como si de un sistema planetario se tratase. Su principio de funcionamiento consiste en que ambos giros, el del disco soporte y el individual, son opuestos. Esto se transmite en dos fenómenos, el de fricción y el de impacto como se muestra en la figura 2.2 (B). Este tipo

de molino si bien empezó rotando a 500 rpm y con vasos pequeños, se ha ido desarrollando para duplicar sus velocidades y capacidades de llenado (48).

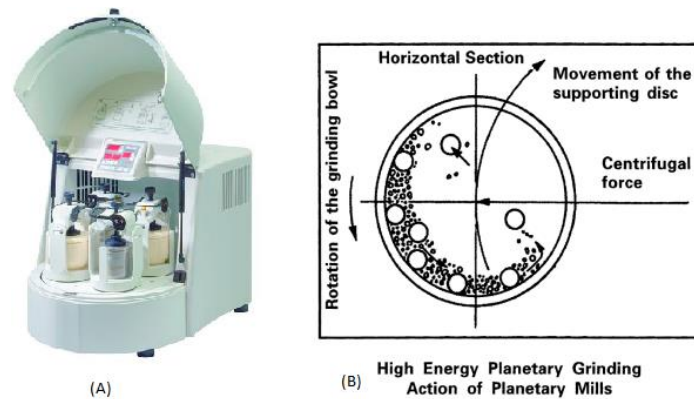


Figura 2.31 (A) Molino Planetario PULVERISETTE 5/4 classic line (51). (B) Diagrama interior del frasco en proceso de molienda (46)

2.5.2.3 Molino comercial

Estos molinos son los de mayor capacidad de llenado. Se trata de cilindros horizontales de gran diámetro que giran sobre su eje axial y puede llegar a cargarse hasta con 1250 kg entre polvo y bolas.

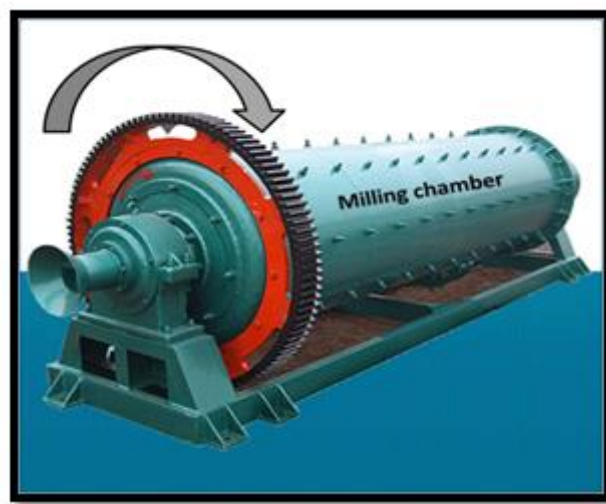


Figura 2.32 Molino de bolas (*Tumbler ball mill*) (52).

3 Proceso experimental

El proceso experimental que se describirá en este capítulo, ha seguido el siguiente esquema (ver Figura 3.1):

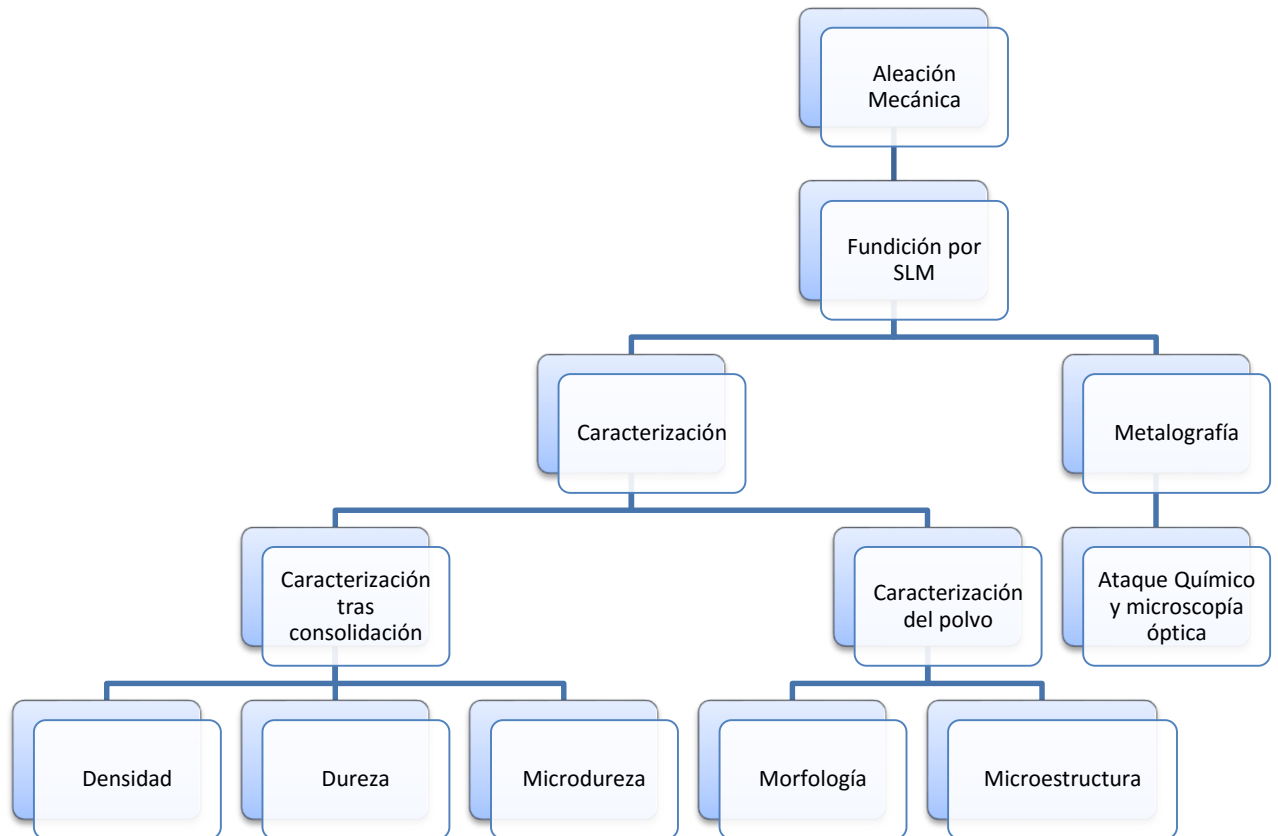


Figura 3.1 Esquema proceso experimental

3.1 Materias Primas

Para este estudio se ha procedido a la elaboración del material compuesto en polvo, de matriz metálica y refuerzo cerámico, AlSiC reforzado al 5% en Volumen. Debido a la capacidad de volumen de la vasija de la máquina de aleación, se ha dividido la molienda de 1Kg de polvo en 7 series de 167g de AlSiC más el PCA, cuyos cálculos según la relación bolas-carga y el cambio a % peso se discutirán en los próximos apartados de este capítulo.

En cada serie/tanda de molienda se han respetado las cantidades exactas de cada material que componen la aleación, pesadas siempre con una báscula, de precisión $d=0,01$ g y una carga máxima de 1010kg.

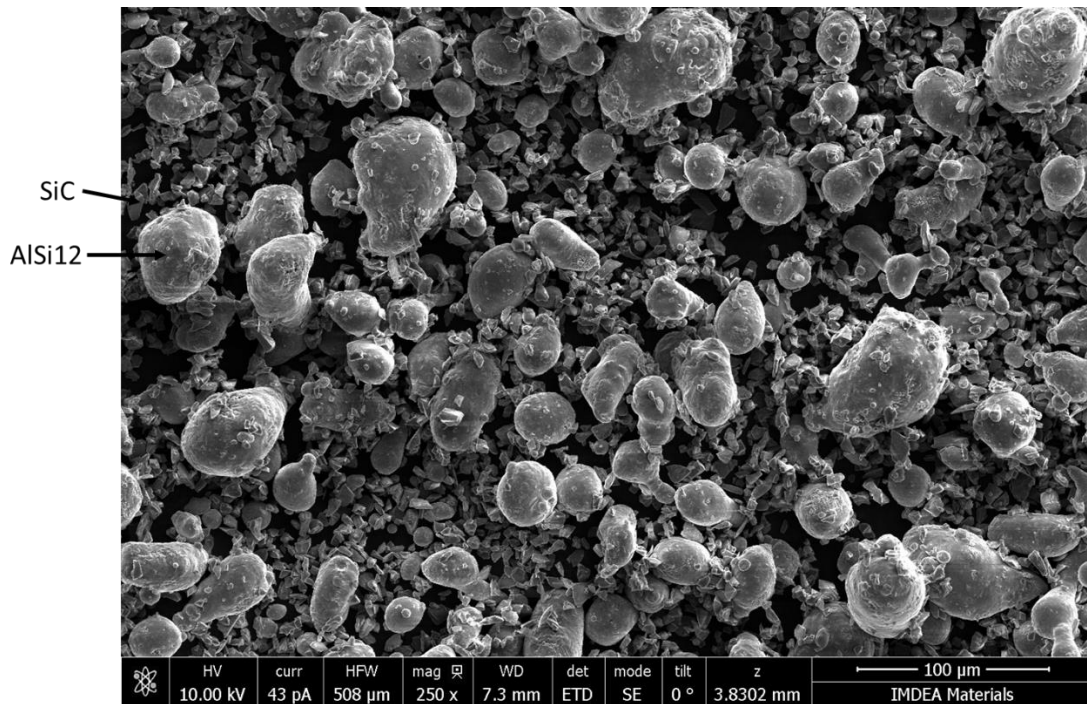


Figura 3.2 Materias primas, polvo mezclado y depositado.

3.1.1 Al

Como matriz del material compuesto se ha utilizado un polvo metálico aleación de aluminio (Al) y un 12% en peso de Silicio (Si), (AlSi12%), adquirido en la empresa alemana *RENISHAW apply innovation*.

PROPIEDADES	ALSi12
RESISTENCIA A TRACCIÓN	330 (± 20) [MPa]
LÍMITE ELÁSTICO	194 (± 20) [MPa]
DUREZA	105 HB (± 1)
DEFORMACIÓN POR ROTURA A	6.8
RUGOSIDAD SUPERFICIAL EN X/Y	15 (± 2)
RUGOSIDAD SUPERFICIAL EN Z	34 (± 4)
DENSIDAD (7)	$2,66 \frac{g}{cm^3}$
TEMPERATURA DE FUSIÓN	660 °C
TEMPERATURA DE EBULLICIÓN	2467 °C
TEMPERATURA DE AUTOIGNICIÓN	500 °C
SOLUBILIDAD EN AGUA	Ninguna

Tabla 3.1 Características principales del polvo ALSi12 y consolidado por SLM marca RENISHAW

3.1.2 SiC

Para el refuerzo con partículas de cerámica se ha elegido carburo de silicio en polvo verde, de la empresa alemana *ESK-SiC GmbH*.

PROPIEDADES SiC	
MASA MOLAR RELATIVA	$40,1 \frac{g}{mol}$
COMPOSICIÓN	Si= 70,05% C= 29,95%
DENSIDAD	$3,21 \frac{g}{cm^3}$
DUREZA HK 0,1	2500-2900
TEMPERATURA DE FUSIÓN	> 2300°C
CAPACIDAD CALORÍFICA 20°C	$0,67 \frac{J}{g \cdot K}$
CAPACIDAD CALORÍFICA A 1000°C	$1,27 \frac{J}{g \cdot K}$
CONDUCTIVIDAD TÉRMICA 20°C	$150 \frac{kJ}{mhK}$
CONDUCTIVIDAD TÉRMICA 1400 20°C	$54 \frac{kJ}{mhK}$
ÍNDICE DE ROTURA	2,6-2,7

Tabla 3.2 Características principales del SiC en polvo verde marca ESK-SiC (53)

3.1.3 Agente controlador del Proceso (PCA)

Se ha añadido a cada muestra de AlSiC entre 1% y 2% en volumen de parafina sintética en polvo, MP-12 de la marca *Micro Powder Inc.* Para evitar al máximo que nuestro material se quedase pegado a la vasija durante el proceso de aleación.

Se trata de una parafina totalmente saturada de hidrocarburos que proporciona deslizamiento extra en los arañazos y roces.

PRINCIPALES CARACTERÍSTICAS	MP-12
TEMPERATURA DE FUSIÓN	102-106 °C
DENSIDAD A 25 °C	0.94 $\frac{g}{cm^3}$
MÁXIMO TAMAÑO DE PARTÍCULA	104.7 μm
TAMAÑO MEDIO DE PARTÍCULA	20.0-26.0 μm

Tabla 3.3 Principales características Parafina Sintética MP-12, marca Micro Powder Inc.

Se empezó añadiendo a las primeras muestras un 1% de parafina. El resultado obtenido fue insuficiente al poder sacar únicamente una parte de polvo, puesto que el resto se había quedado pegado en la vasija y en las bolas.

Por ello se probó a aumentar el porcentaje del PCA en otro 1%, facilitando así la extracción de polvo. Conforme con la cantidad obtenida, se procedió a mantener esta relación para las posteriores muestras.

3.1.4 Proporciones y cantidades de materia prima

Las proporciones para conseguir la mezcla de polvos derivan de los cálculos de la Ecuación 3.1.

$$\rho = \frac{\%Peso}{\%Volumen}$$

Ecuación 3.1

3.1.4.1 Cantidad de SiC

Para conseguir una aleación reforzada al 5% en volumen, se ha partido de una densidad absoluta teórica de SiC para calcular su equivalente en peso, respecto a cualquier cantidad de AlSiC que se vaya a preparar.

$$\rho_{SiC} = 3,21 \frac{g}{cm^3}$$

$$3,21 = \frac{\% \text{ Peso}}{5\%}$$

$$\% \text{Peso} = 3,21 * 5\% = 16,05\% \cong 16\%$$

Es decir cada muestra de polvo de la aleación reforzada AlSiC al 5% en volumen contendrá un 16% de SiC sobre el peso total. Como ya se ha comentado antes, debido a la capacidad de carga del attritor se ha tenido que dividir la aleación en 7 tandas de igual peso, por lo que si cargamos el molino con 167 g de polvo prealeado de AlSiC cada vez, añadiremos la siguiente cantidad de SiC en cada tanda, Ecuación 3.2.

$$m_{AlSiC} = 167g /tanda$$

$$m_{SiC} = m_{AlSiC} * 16\%$$

Ecuación 3.2

$$m_{SiC} = 167 g * 16\% = 26,72 g/tanda$$

3.1.4.2 Cantidad de AlSi12%

La cantidad de AlSi12 será la que sobre restando de la masa total, la masa de SiC, Ecuación 3.3.

$$m_{AlSi12} = m_{AlSiC} - m_{SiC} = 167 g - 26,72 g = 140,28 g/tanda$$

Ecuación 3.3

3.1.4.3 Cantidad de PCA

De la misma manera se ha calculado la cantidad de PCA en peso, teniéndola que ajustar durante el proceso de molienda al resultar escasa en las primeras muestras. Si bien se comenzó echando un 1% en volumen, se optó por doblar la cantidad al comprobar que el material se quedaba soldado en el interior del molino, ver Ecuación 3.4.

$$\rho_{parafina} = 0,94 \frac{g}{cm^3}$$

$$0,94 = \frac{\% \text{ Peso}}{2\%}$$

$$\% \text{Peso} = 0,94 * 2\% = 1,88\%$$

$$m_{parafina} = m_{AlSiC} + 1,88\% = 167g * 1,88\% = 3,1 g$$

Ecuación 3.4

3.1.4.4 Sumatorio de todas las materias primas

$$m_{AlSiC \text{ con PCA}} = m_{AlSi_{12}} + m_{AlSiC} + m_{parafina} = 140,28 + 26,72 g + 3,1 g$$

$$m_{AlSiC \text{ con PCA}} \approx 170 g/\text{tanda}$$

Cabe destacar, que el porcentaje de parafina no está incluido en la composición del material compuesto, sino que se ha añadido a ella para no alterar la fracción en volumen de la aleación.

3.2 Proceso de aleación mecánica

Antes de realizar la molienda se procedió a la homogeneización de la mezcla de polvos y PCA en una mezcladora. Cada serie de AlSiC prealeado se dejó mover en una túbula de la casa *Willy A. Bachofen AG*, durante los 10 min previos a su aleación mecánica.

Para la aleación de los polvos se ha dispuesto de un molino horizontal de bolas de la casa alemana Zoz GmbH. Se trata de un attritor modelo *Simoloyer CM01* recomendado para laboratorios de investigación y universidades debido a su gran potencia y menor tamaño.

CARACTERÍSTICAS ATTRITOR ZOZ CM-01

POTENCIA	DE	2.7-3.0 KW
FUNCIONAMIENTO		
VELOCIDAD DEL ROTOR		65-1800 rpm
CAPACIDAD DE LLENADO		0.5-2.0 Litros



Tabla 3.4 Características del Attritor CM-01 Zoz, propiedad de la Universidad Carlos III de Madrid

El molino se controla por medio de un programa informático, MALZOZ 3.1., donde se programan los ciclos de molienda en los que se indica la velocidad de giro y el tiempo de funcionamiento en cada momento, así como las repeticiones del ciclo programado.

Este programa permite guardar por usuarios los ciclos programados con anterioridad dando la posibilidad de editarlos si fuese necesario.

En la Figura 3.3 nos encontramos con la primera parte en del ciclo en la que se tiene en cuenta la contaminación de las bolas. Durante los primeros 5 min el rotor gira a 200 rpm para mover bolas y polvo y conseguir la contaminación de estas, (d-operation). En la segunda línea podemos ver programado el ciclo de molienda (o-cycle) que se repetirá 3 veces y en la siguiente Figura 3.4 se enseña con detalle las líneas programadas para ese ciclo.

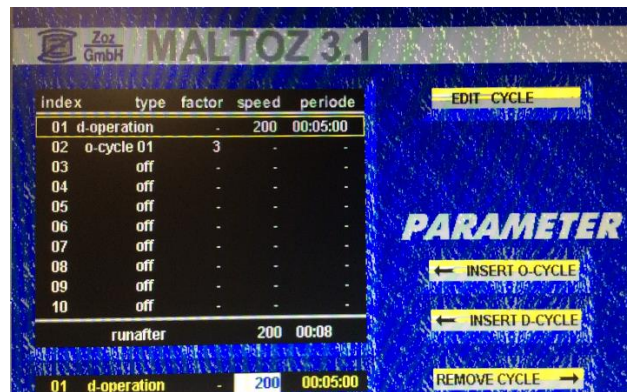


Figura 3.3 Captura de pantalla del programa MALTOZ

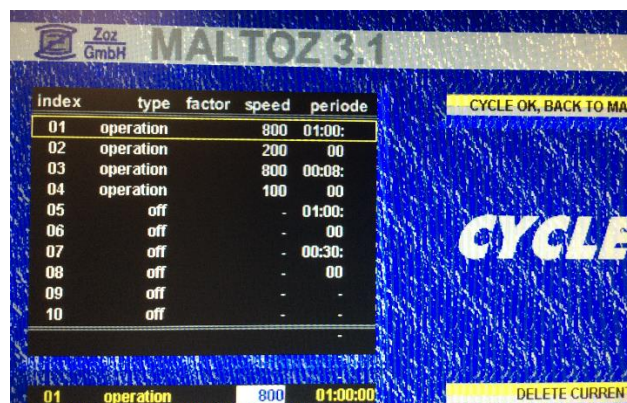


Figura 3.4 Captura de pantalla programa MALTOZ 3.1, Detalle del ciclo

Los tiempos y velocidades de la primera molienda se han ido ajustando hasta conseguir el tamaño y la forma de grano necesaria para su consolidación con la técnica de “Additive Manufacturing”, en la que recordamos, es necesaria la esferificación de las partículas. Los ajustes se han ido haciendo tras las observaciones del polvo bajo el microscopio SEM de la universidad. Una vez establecidos el tiempo y la velocidad óptimos para nuestro objetivo se ha procedido a moler el resto de polvo con las mismas variables.

Las variables de la aleación mecánica para este trabajo se han fijado de la siguiente manera, ver Tabla 3.5.

VARIABLES DE LA ALEACIÓN MECÁNICA ALSiC

MASA DE POLVO POR TANDA	168,5g
MASA TOTAL DE BOLAS	2500 g
RAZÓN BOLAS-POLVO	15:1
DIAMETRO DE BOLAS	5 mm
MATERIAL BOLAS	Acero inoxidable AISI 420 C
MATERIAL DE LA VASIJA Y HÉLICES	Acero inoxidable
ATMÓSFERA	Argón
TEMPERATURA MEDIA	25 °C
REFRIGERACIÓN	Agua
PCA	Parafina M-12
POLVOS ALEADOS	AlSi12+ SiC
VELOCIDAD	800rpm
TIEMPO DE MOLIENDA	16h

Tabla 3.5 Resumen de las variables de la aleación mecánica ALSiC

Para evitar la autoignición se dejó reposar el polvo cada hora una vez 8 min y tras otra hora 30 min, a 200 rpm y 100 rpm respectivamente. En la siguiente Tabla 3.6 podemos ver el ciclo que se programó y repitió hasta alcanzar las 16 horas efectivas de molienda que se aplicó a las 7 tandas para alcanzar la cantidad de 1kg de ALSiC:

Velocidad	Tiempo
800 rpm	1h
200 rpm	8 min
800 rpm	1h
100 rpm	30 min

Tabla 3.6 Secuencia programada para 2 horas efectivas de molienda.

Como ya se ha mencionado con anterioridad, la temperatura de autoignición del AlSi12 es de 500 °C por lo que se dispone de una atmósfera de trabajo inerte. Para evitar la autoignición del aluminio durante la molienda y su posterior extracción, una vez introducida la tanda de polvo en la vasija se procedió a su llenado con Argón de la marca *PRAXAIR*, por medio de una columna de vacío. El aire se extrajo previamente con una bomba de la marca *EDWARDS*.



Figura 3.5 Columna de vacío para attritor CM01, propiedad de la Universidad Carlos III de Madrid

Para su extracción de las primeras muestras para su observación en SEM, se hizo a través de la columna de vacío y para su traspaso a un tubo eppendorf en una campana de atmósfera controlada con guantes.

3.3 Consolidación mediante “Additive manufacturing”

La fundición se ha llevado a cabo en el departamento de Materiales y Procesos del centro de investigación CATEC, *Center for Advanced Aerospace Technologies*, en Sevilla, por sus propios técnicos. A continuación se describe la información facilitada por el centro sobre el proceso de fundición por láser del polvo aleado que se les envió.

Se ha empleado el Sistema de fabricación en metal por Selective Laser Melting (SLM) de la casa *Renishaw* cuyas características se describen en la siguiente Tabla 3.7.

Modelo: AM250

Vol. de fab. max.: 250 x 250 x 270 mm (x,y,z)

Velocidad de fabricación (aprox.): de 5 - 20 cm³/hora

Espesor de capa: 20 - 100 μm

Diámetro del haz láser: 70 μm sobre la superficie del polvo

Potencia del láser: 200 W



Tabla 3.7 Características principales de la máquina SLM Renishaw, propiedad de CATEC.

Con el mismo polvo se han fabricado 4 probetas diferentes de AlSiC en condiciones diferentes de procesamiento así como una muestra del AlSi12% sin reforzar.



Figura 3.6 Probetas sinterizadas por SLM, a partir del polvo AlSiC por CATEC

En la Figura 3.6 observamos que cada muestra ha sido diferenciada según los parámetros de fabricación que se describen a continuación bajo la correspondiente numeración, ver Tabla 3.8.

<i>Muestra</i>	<i>Referencia en Figura 3.6</i>	<i>Potencia Laser [W]</i>	<i>Velocidad de escaneo [$\frac{mm^2}{s}$]</i>	<i>Densidad Energía [$\frac{J}{mm^2}$]</i>
AlSiC-2.5	3.1	200	80	2.5
AlSiC-2.4	3.2	200	83	2.4
AlSiC-2.3	3.3	200	87	2.3
AlSiC-2.2	3.4	200	91	2.2
AlSi12-2.5	No aparece	200	80	2.5

Tabla 3.8 Parámetros de fabricación de las probetas sinterizadas por SLM en CATEC

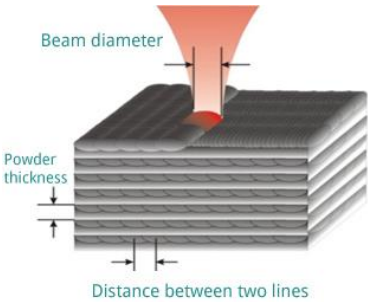


Figura 3.7 Esquema aproximado de sinterización de probeta por SLM, cortesía de IQ evolution.

3.4 Caracterización

3.4.1 Caracterización del polvo

3.4.1.1 Morfología

Utilizando como soporte un pin con cinta de doble cara adhesiva se depositó polvo quedando adherido a esta. Se ha empleado para su observación el microscopio SEM *Helios Nanolab 600 I*, de IMDEA materiales y el

3.4.1.2 Microestructura

El polvo de los cuatro estadios de fabricación (0h, 10h, 14h y 16h) fue embutido en resina, pulido y desbastado a mano con lijas de SiC (ver párrafo 3.4.4.4.2 Proceso de pulido para el polvo). Las pastillas preparadas han sido observadas bajo el microscopio SEM *Helios Nanolab 600 I*, teniéndolas que cubrir con una capa de 10 nm de oro en polvo para mejorar su conductividad.

Se han observado también bajo la difracción de electrones retrodispersados (EBSD) y hecho microanálisis por dispersión de energía de rayos X (EDX) sobre las partículas para mayor comprobación.

3.4.2 Caracterización del sólido

3.4.2.1 Densidad teórica

$$\rho_{Teórica} = \rho_{SiC} * V_{sic} + \rho_{AlSi12} * V_{AlSi12}$$

Ecuación 3.5

ρ_{SiC} = Densidad del carburo de silicio

ρ_{AlSi12} = Densidad de la aleación base AlSi12%

V_{sic} = Fracción de volumen del SiC

V_{AlSi12} = Fracción de volumen del AlSi12%

3.4.2.2 Densidad por Arquímedes

Se ha procedido a estudiar la densidad de nuestro material, tras la consolidación por “additive manufacturing”, por medio del método de Arquímedes.



Figura 3.8 Equipo de medición para la densidad por método de Arquímedes del laboratorio de la Universidad Carlos III de Madrid

El método de Arquímedes nos dará la densidad según lo estipulado en la norma MPIF 42 (54), para cuerpos hechos a base de polvo y sinterizados. Se procede a pesar las muestras primero y tras ello, a cerrar su porosidad con laca de la casa *RS Clear Lacquer RS 569-307*. Una vez seca la laca, se pesa de nuevo y a continuación sumergiremos los cuerpos en agua donde serán pesados por tercera vez.

Introduciendo los valores de masas y densidades conocidas en la Ecuación 3.6 obtendremos el valor de la densidad por Arquímedes.

$$\rho_{Arquímedes} = \frac{m_{en\ aire}}{\left(\frac{m_{con\ laca} - m_{con\ laca\ en\ agua}}{\rho_{agua}}\right) - \left(\frac{m_{con\ laca} - m_{en\ aire}}{\rho_{laca}}\right)} \left[\frac{g}{cm^3}\right]$$

Ecuación 3.6

$m_{en\ aire}$ = Masa del cuerpo [g]

$m_{con\ laca}$ = Masa del cuerpo tras la aplicación de la laca [g]

$m_{con\ laca\ en\ agua}$ = Masa del cuerpo sumergida en agua tras la aplicación de la laca [g]

ρ_{agua} = Densidad del agua a 20°C = 0,99829 $\frac{g}{cm^3}$

ρ_{laca} = Densidad de la laca empleada = 1,2 $\frac{g}{cm^3}$

3.4.2.3 Densidad relativa

Una vez hechos los cálculos de densidades para obtener la densidad relativa (ρ_R) Ecuación 3.7, se ha procedido a calcular los resultados obtenidos por el método de Arquímedes con la densidad teórica del AlSiC, Ecuación 3.5.

$$\rho_R = \frac{\rho_{Arquímedes}}{\rho_{Teórica}} * 100 [\%]$$

Ecuación 3.7

3.4.2.4 Dureza

Para estudiar la dureza del material y compararlo con la aleación sin reforzar se ha empleado el método de dureza Vickers. En este ensayo una maquina calibrada aplica una carga en la superficie del material, por medio de un penetrador.

Un durómetro Vickers emplea como penetrador, un diamante con forma de pirámide recta de base cuadrada y con un ángulo entre cara opuestas de 136° . El tiempo de la carga suele estar entre 15s y 30s.

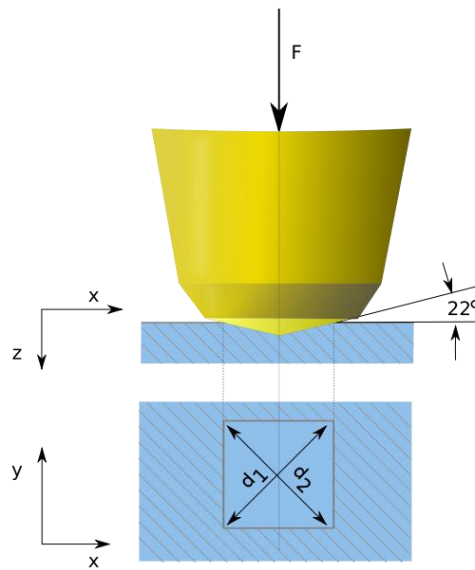


Figura 3.9 Esquema durómetro Vickers. (55)

Al penetrar el material, el durómetro deja una huella en forma de cuadrado de la cual se medirán sus diagonales d_1 y d_2 como se muestra en Figura 3.9.

El número de dureza Vickers (HV) mide la relación de la carga aplicada y las dimensiones del área de la huella que deja, como recoge la siguiente Ecuación 3.8:

$$HV = \frac{P(\text{aplicada})}{A(\text{medida})} = \frac{P}{\frac{d^2}{2\text{sen}\left(\frac{\alpha}{2}\right)}} = \frac{2P\text{sen}\left(\frac{\alpha}{2}\right)}{d^2} = 1.854 \frac{P}{d^2} \left[\frac{N}{\text{mm}^2} \right]$$

Ecuación 3.8

$P = \text{Carga aplicada [N o kgf]}$

$A = \text{Area de impronta piramidal} = \frac{d^2}{2\text{sen}\left(\frac{\alpha}{2}\right)} [\text{mm}^2]$

$d = \text{Diagonal media de la huella} = \frac{d_1 + d_2}{2} [\text{mm}]$

$\alpha = \text{Ángulo entre caras} = 136^\circ$

Se ha procedido a comprobar la resistencia superficial del material con el durómetro de la marca Wilson Wolpert modelo 930.

Se ha indentado el material con una carga de 10 kgf durante una aplicación de 15 s en varias direcciones. Se han medido tanto las caras superior e inferior, como la sección transversal debida al corte de cada muestra sinterizada a una potencia laser diferente, (Figura 3.10). Para cada medida se han tomado 4 valores.

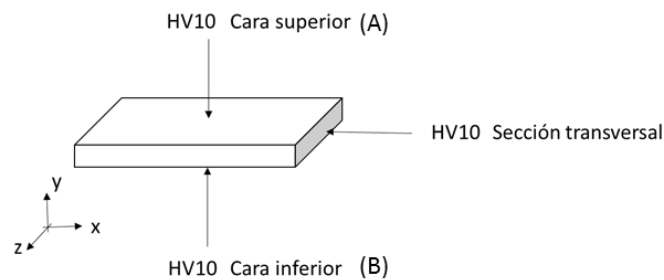


Figura 3.10 Esquema vectorial en la aplicación de la prueba de dureza HV10

Debido a que se desconoce la dirección de fabricación SLM en el apilamiento de capas, no sabremos cual es realmente la cara inferior y cual la superior, por lo que solo se estudiará si hay diferencia entre ellas llamándolas cara A y cara B.

3.4.3 Microdureza

Se han tomado las medidas de microdureza por ensayo de Vickers con un durómetro HMV micro hardness tester de la marca *Shimadzu*, el cual da valores absolutos de microdureza a partir de 100.

Para la indentación se ha escogido una carga de 1kgf y se ha respetado el tiempo anterior de aplicación de la carga de 15 s. Para el ensayo de microdureza también se han medido las resistencias superficiales en las 3 direcciones, ver Figura 3.10, y se han tomado 15 valores por dirección.

Las muestras para el ensayo de microdureza han sido embutidas y pulidas a espejo como se explica en el siguiente párrafo, 3.4.4 Metalografía.

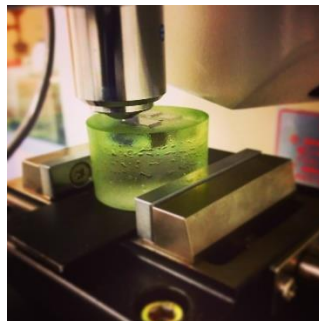


Figura 3.11 Microindentación HV1/15

3.4.4 Metalografía

3.4.4.1 Corte

Para la caracterización del material se ha procedido al corte en tres partes de cada muestra para someterlas a diferentes pruebas así como comprobar la isotropía de sus diferentes caras.

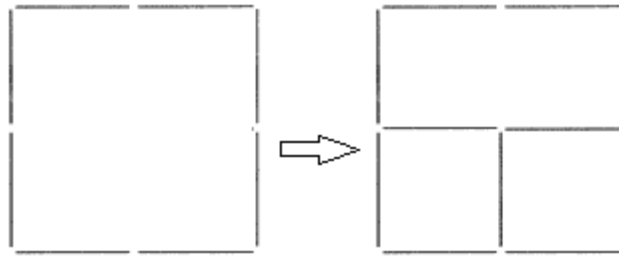


Figura 3.12 Esquema de corte de las muestras para su estudio posterior

Las piezas se han cortado con la cortadora *PRESI Mecatome T 201 A*, y un disco de diamante de 200 mm diámetro. El corte se ha producido bajo un chorro de taladrina.

3.4.4.2 Embutición

3.4.4.2.1 Embutición de muestras consolidadas

Debido a la sensibilidad del aluminio y su resistencia a la corrosión ha sido necesaria la embutición en frío, para no tener dudas sobre una posible alteración de la estructura del metal durante el proceso de en caliente. El aluminio a 200°C y 200 bar puede transformar su estructura interna.

Por ello se ha elegido un empastillado de resina epoxi, por lo que se han usado moldes de polipropileno del tipo FIXIFORM. Los moldes de polipropileno son específicos para la resina epoxi, ya que evita el daño del molde y se obtienen muestras muy transparentes (56). Todos los elementos empleados en la embutición han sido adquiridos al fabricante

Struers.



Figura 3.13 Izquierda: Distribución de las muestras en la pastilla dentro de los moldes. Derecha: Moldes FIXIFORM.

Se ha usado la resina epoxi *SpeciFix* y se ha mezclado con el agente de curado *Specifix-20*. La proporción de resina y agente de curado ha sido 7:1 respectivamente, recomendado a modo de catalizador por el propio fabricante (57). Para evitar el pegado de la pastilla con el molde se han rociado las paredes internas con silicona en aerosol *Sil-Jet*, de la marca *BLUESTAR SILICONES*.

En cada molde se han distribuido tres partes de cada muestra inicial sinterizada, dejando al descubierto ambas caras y la sección transversal (Figura 3.13, izquierda).

Una vez preparados los moldes con la mezcla de resinas y las muestras, se han dejado secar durante 24h a temperatura ambiente.

3.4.4.2 Embutición del polvo

De la misma manera se ha procedido a embutir el polvo tanto con las materias primas, AlSi_{12} y SiC , como del polvo aleado AlSiC . En este caso se buscaba dejar al descubierto una capa de polvo densa en el centro de la pastilla para evitar el reflejo de la luz en el microscopio.

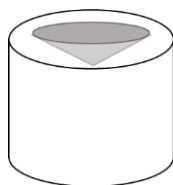


Figura 3.14 Embutición polvo

3.4.4.3 Desbaste

El desbaste se ha llevado a cabo manualmente, combinando lijas de mayor a menor tamaño de grano de SiC. Siempre lijando en la misma dirección recta para la misma lija y girando 90° la pastilla en el cambio de lija. El proceso sufre alguna variación si se trata de embuticiones de material sinterizado o polvo.

3.4.4.3.1 Desbaste de embuticiones con muestras consolidadas



Figura 3.15 Proceso de desbaste de las muestras consolidadas

La siguiente Figura 3.15 resume el proceso descrito a continuación.

Se comenzó un primer desbaste grueso con una lija de grano 320 para eliminar la resina solidificada en la zona de observación y hacer salir a la superficie la primera capa del material.

Una vez eliminada la primera barrera se procedió al cambio de lija con un grano de 600. Con este lijado se pretendía arrancar la primera capa del material dañada por la embutición y borrar las posibles líneas del grano 320. Al lijar en 90° respecto a la anterior lija, las líneas se sustituyen por unas de menor grosor y dirección perpendicular.

Por último para borrar las líneas de grano 600 se hace uso de otra de mayor concentración de granos por pulgada, una de grano 1200.

En la siguiente Figura 3.16 se puede observar la influencia en el arranque del material de cada grano.



Figura 3.16 Combinación de lijas empleadas en el desbaste manual. De izquierda a derecha: Grano 320, grano 600 y grano 1200

3.4.4.3.2 Desbaste de embuticiones de polvo



Para desbastar el polvo fue necesario pasar a lijas de SiC de grano más pequeño llegando incluso hasta una de grano 4000 siempre con agua.

3.4.4.4 Pulido

Para el pulido de las pastillas se ha utilizado la máquina *Polishing Machine* de la marca *Buehler*, lubricante con base alcohólica, paños de alúmina de la casa *Struers* y pasta de diamante de la marca ATM GMBH.

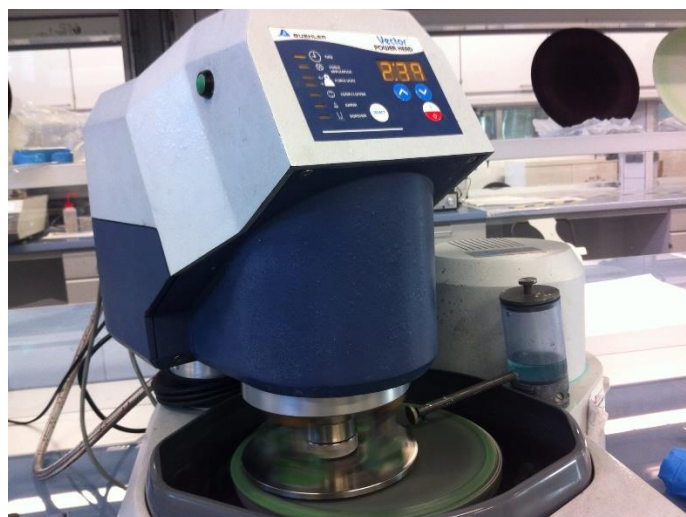


Figura 3.17, Polishing Machine marca BUEHLER, propiedad del instituto IMDEA materiales

3.4.4.4.1 Proceso de pulido para las muestras consolidadas

Paño	Abrasivo adicional	Tamaño	Presión	Velocidad	Lubricante	Tiempo
Alúmina	Pasta de diamante	$3\mu m$	10N	150rpm	Lubricante azul base alcohólica	5 min
Alúmina	Pasta de diamante	$1\mu m$	5N	150 rpm	Lubricante azul base alcohólica	5 min

Tabla 3.9 Proceso de pulido para muestras consolidadas

Para el pulido se ha comenzado aplicando una carga sobre las pastillas de 10N sobre el paño de alúmina con pasta de diamante ambos de $3\mu m$ durante 5 min a 150 rpm. Cabe destacar que para pulir el aluminio es recomendable no usar velocidades altas para que la temperatura no estropee el material.

Pasado este tiempo se dejaron limpiar las pastillas en ultrasonidos durante 2 min y se comprobó bajo un microscopio, el pulido sobre las líneas de la última lija de grano 1200.

Tras la comprobación se volvieron a pulir las pastillas, esta vez con una carga de 5N, paño y pasta de diamante de $1\mu m$. El resto de variables se dejaron igual, 5 min a 150 rpm.

Es importante cambiar entre pulidos el sentido del giro ya que pueden aparecer “colas de cometa” las cuales habría que volver a lijar para quitar.

Tras la combinación de paños se consiguió finalmente hacer espejo en la superficie de los materiales a estudiar.

3.4.4.4.2 Proceso de pulido para el polvo

Paño	Abrasivo adicional	Tamaño	Velocidad	Lubricante
Alúmina	Pasta de diamante	3 μ m	250 rpm	Lubricante azul base alcohólica
Alúmina	Pasta de diamante	1 μ m	250 rpm	Lubricante azul base alcohólica
Neopreno	OP-Suspensión	0.04 μ m	100 rpm	Agua

Tabla 3.10 Proceso de pulido para el polvo

En este caso se ha hecho un pulido a mano, empleando los mismos paños de alúmina de 3 μ m y 1 μ m con su pasta de diamante correspondiente a 250 rpm y un tercer paño de neopreno empleando como abrasivo adicional una suspensión coloidal de sílice (suspensión OP) de 0,04 μ m a 100 rpm, todo ello de la marca *STRUERS*.

El pulido se ha llevado a cabo con la máquina *Metaserv 250 Grinder-Polischer* de la marca *BUEHLER*.



Figura 3.18 Máquina para pulido manual, propiedad de IMDEA

3.4.4.5 Ataque químico

Para el ataque químico tras la prueba de microdureza, ha sido necesario volver a preparar las muestras en metalografía para arrancar una capa de 1mm en la superficie del material y eliminar así las indentaciones.

Al contener una aleación de la serie 4xxxx se ha elegido un ataque químico no destructivo por inmersión en una solución de Ácido hidrofúorhídrico (HF) al 0,5% (58).

Se han mezclado en un vaso de plástico: 0,5 ml de ácido fluorhídrico PA-ACS-ISO de la marca *Panreac* con 99,5 ml de agua destilada.

Cada pastilla se sumergió parcialmente por la superficie del material dejándolo en un primer momento durante 15s como recomiendan los manuales del metal.

Este tiempo no fue suficiente al no ser puro nuestro ácido, por lo que finalmente las muestras se dejaron reaccionar durante 30s con el HF.

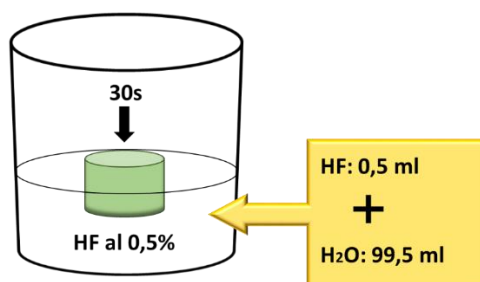


Figura 3.19 Ataque químico de las muestras de AlSiC sinterizadas

3.4.4.6 Microscopía Óptica

Para obtener las imágenes antes y después del ataque químico se ha empleado un microscopio modelo *Olympus Bx51 Color View* el cual proporciona hasta 100 aumentos. Se controla a través del programa informático *AnalySis* de *Olympus Soft Imaging Solutions GmbH*.

4 Análisis y Resultados

4.1 Aleación Mecánica

4.1.1 Caracterización del Polvo

4.1.1.1 Morfología

En las siguientes figuras (Figura 4.1 y Figura 4.2) se muestra la evolución morfológica del polvo en función del tiempo de molienda. A través de ellas se puede observar la esferificación de las partículas durante la aleación mecánica. Las morfologías corresponden a tiempos de 0h, 10h, 14h y 16h y su estudio comienza por lo tanto en la fase de predominio de la soldadura entrando en la formación de partículas equiaxiales según el modelo de S. Benjamín (ver Figura 2.23 y Figura 2.24).

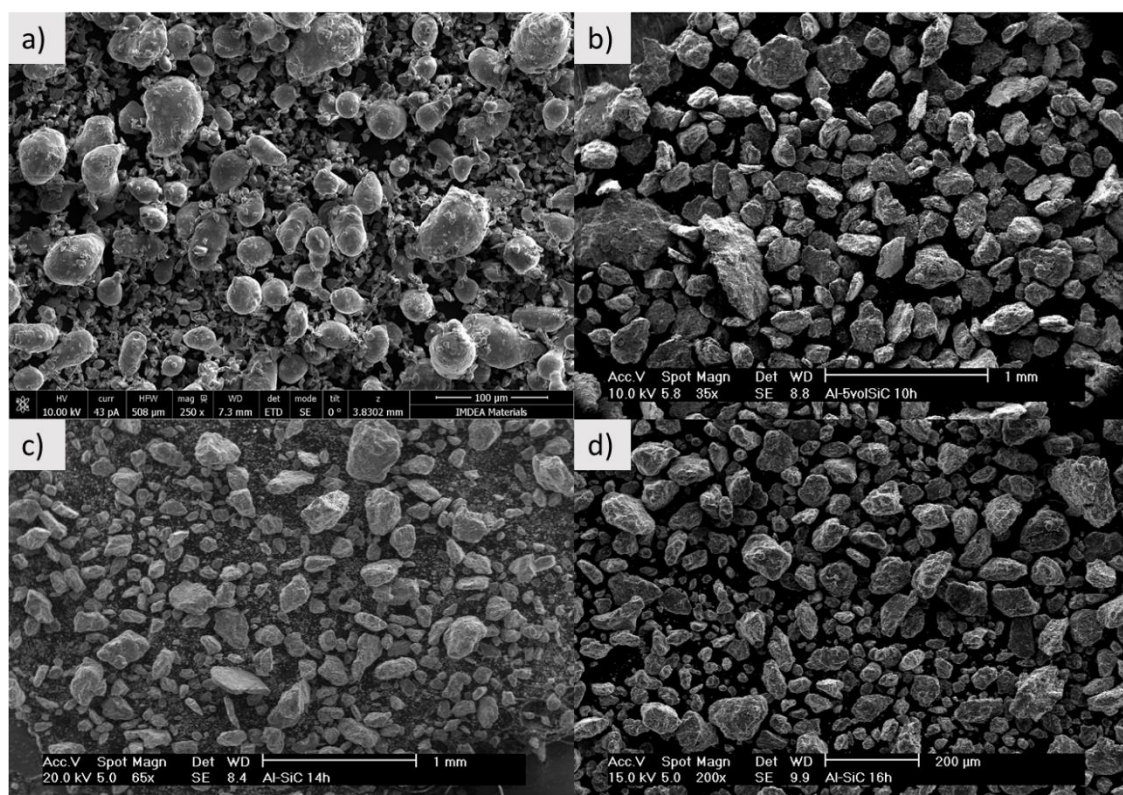


Figura 4.1 Evolución morfológica de la aleación mecánica de AlSiC a 800 rpm. a) 0h, b) 10h, c) 14h, d) 16h

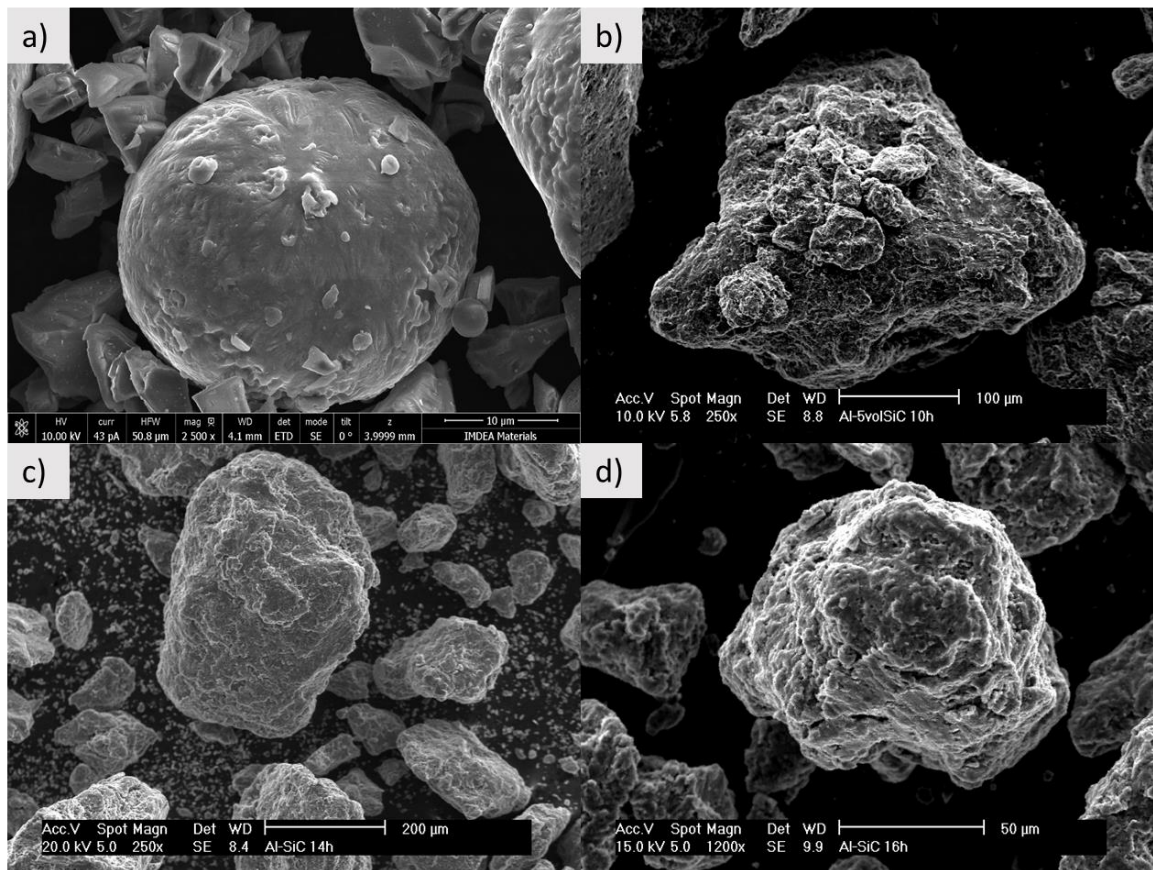


Figura 4.2 Evolución morfológica de la aleación mecánica de AlSiC a 800 rpm. a) 0h, b) 10h, c) 14h, d) 16h

Tras 10h de molienda, nos encontramos en la etapa de predominio de la soldadura. Las partículas de aluminio, tras haber perdido su forma esférica inicial (morfología a)), se presentan en forma laminar y aplastadas con las primeras soldaduras gruesas de SiC.

Tras 14 h de molienda, fotografía c), las partículas de polvo comienzan la fase de formación equiaxial, aunque de una forma desordenada y no direccional.

Tras 16h de molienda el aluminio retoma su forma esférica mediante las soldaduras propias y haciendo de soporte para las partículas de SiC. Se trata de partículas más pequeñas y con mayor afinamiento estructural que las anteriores. Las capas de soldadura de SiC ya no se aprecian por lo que se ha llegado a una composición de ambos materiales proporcional en cada partícula, ver Figura 4.3.

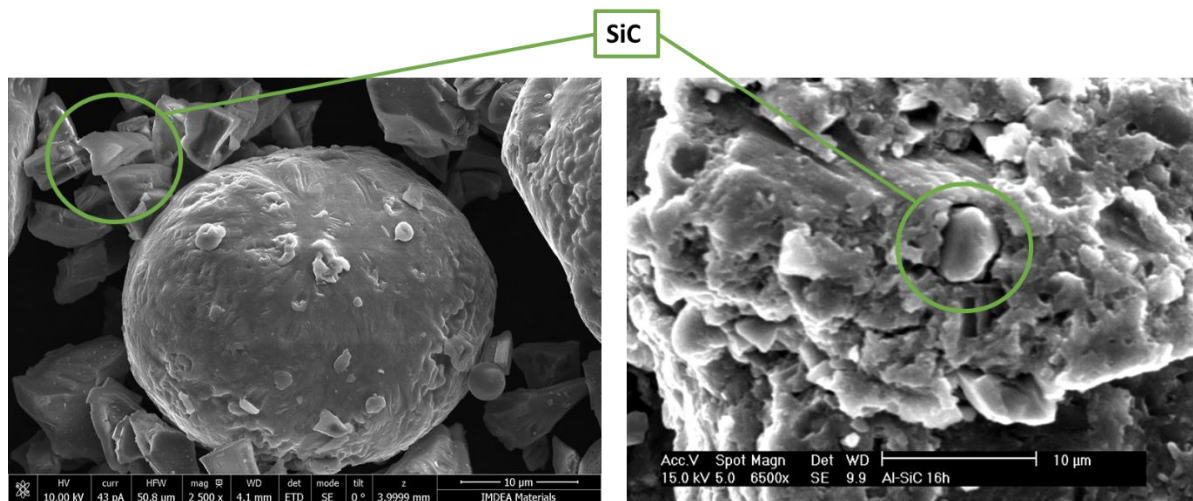


Figura 4.3 Soldadura del SiC. Izquierda: 0h. Derecha: 16 h de molienda

4.1.1.2 Microestructura

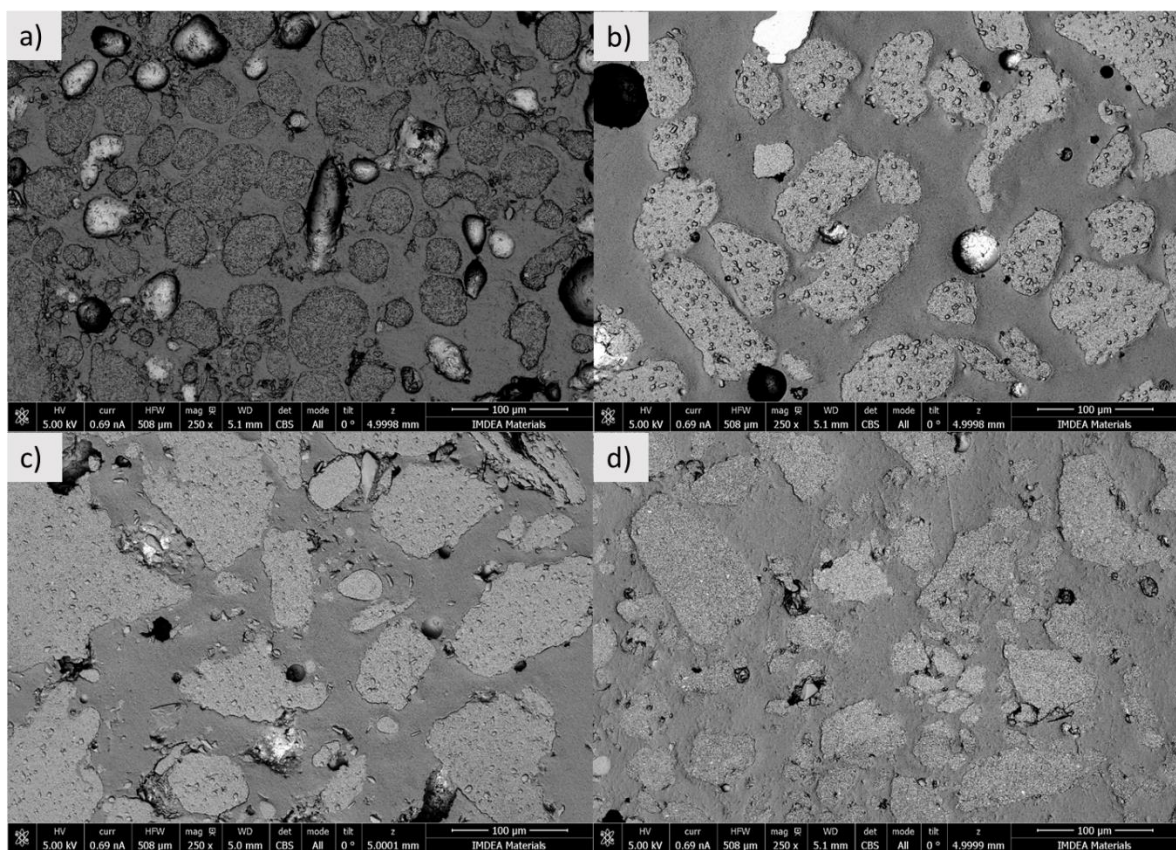


Figura 4.4 Microscopia por EBSD del polvo aleado: a) 0h b) 10h c) 14h d) 16h

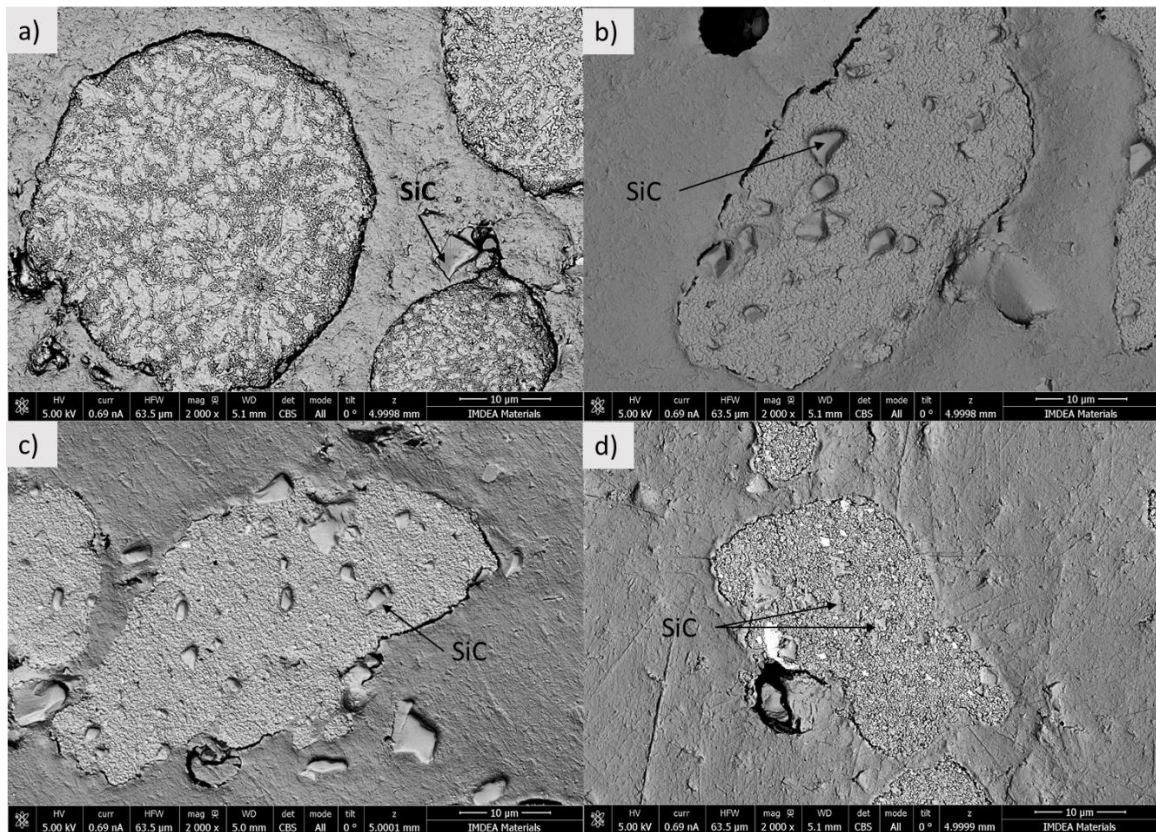


Figura 4.5 Microscopia por EBSD de las partículas aleadas: a) 0h b) 10h c) 14h d) 16h

Observamos en la Figura 4.4 y más en detalle en la Figura 4.5, como las partículas de aluminio se van aplanando y las partículas de SiC fracturadas, comienzan a soldarse a la aleación, encontrándolas en su mayor parte, dentro de las partículas de aluminio y no fuera, (micrografías b)).

En las micrografías c) observamos que tras 14 h de molienda las partículas de SiC, en su condición de material frágil, siguen fracturándose, facilitando su soldadura y distribución por el polvo base.

Finalmente en la micrografía d), apenas distinguimos las partículas de refuerzo dentro de la matriz debido a su pequeño grosor y a su buena soldadura. En este caso también le debemos la poca visibilidad al principio de funcionamiento del EBSD, ya que distingue entre elementos por medio de su número atómico, que en el caso del Al y el Si, son muy

próximos, 13 y 14 respectivamente. Para mayor seguridad se hizo un microanálisis sobre la partícula para comprobar que efectivamente se trataba de SiC.

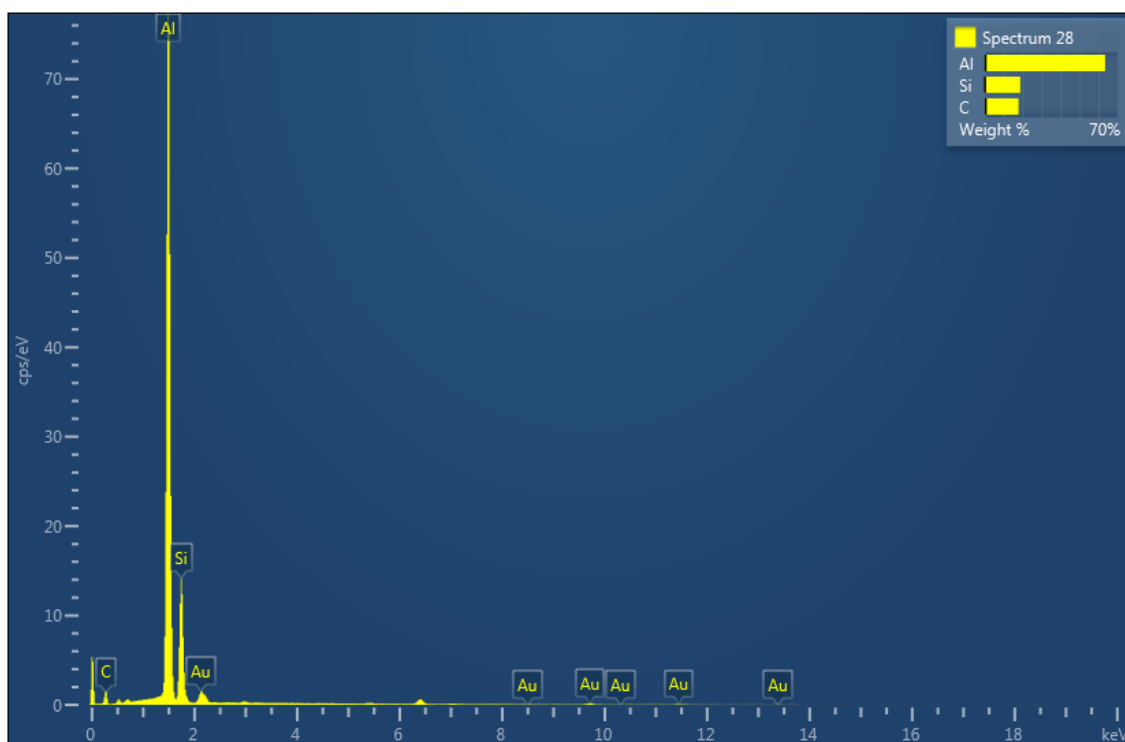


Figura 4.6 Microanálisis EDS de la Figura 4.5 micrografía d)

Con los resultados del microanálisis (Figura 4.6), podemos concluir, que tras 16h de molienda se ha conseguido un polvo “compuesto”.

4.2 Metalografía

4.2.1 Microscopía Óptica

4.2.1.1 Revelación de otros parámetros en la técnica de fabricación SLM

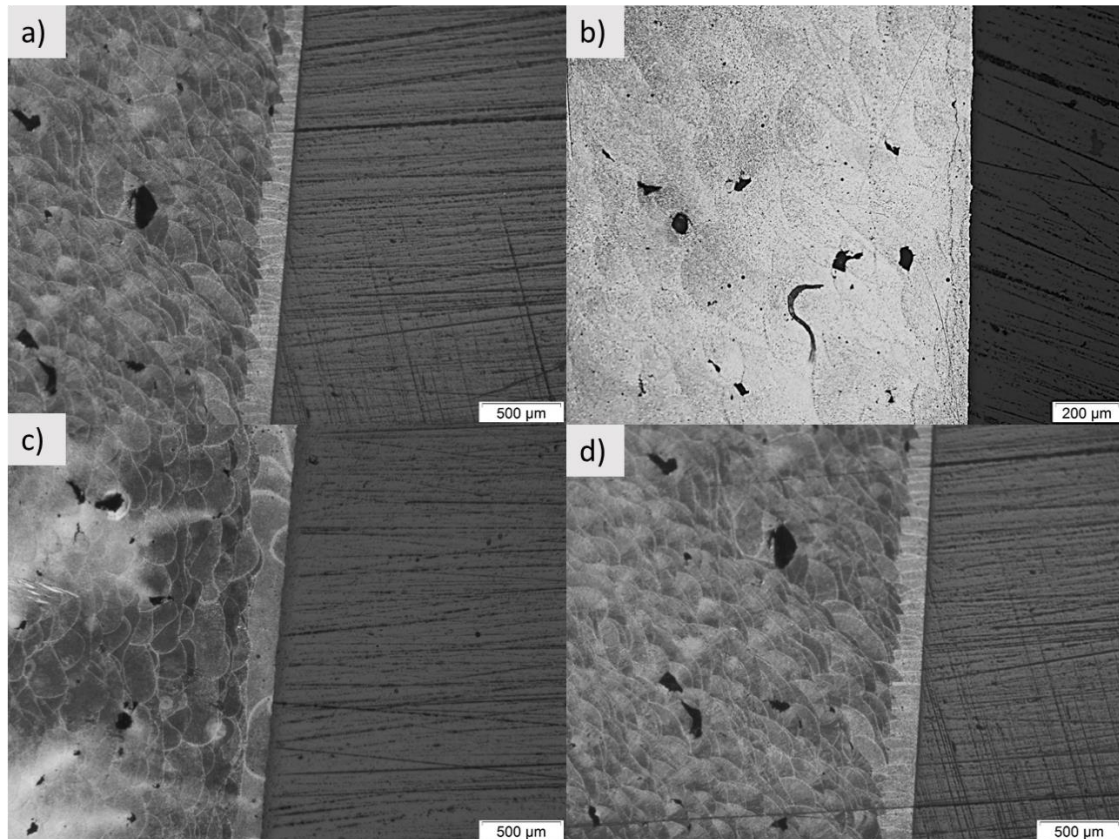


Figura 4.7 Secciones transversales y tras el ataque químico del AlSiC a) E=2,5 (J/mm²) b) E=2,4 (J/mm²).c) E=2,3 (J/mm²).d) E=2,2 (J/mm²)

Estudiando la distribución y forma del grano en la sección transversal (plano z), podemos averiguar más datos sobre el proceso de fabricación, de los que nos habían proporcionado desde el instituto CATEC, que justifican mejor los siguientes resultados de densidad (ver párrafo 4.3.1.3), dureza (ver párrafo 4.3.2) y microdureza (ver párrafo 4.3.3)

- Inclinación del Haz del láser:

Comprobamos gracias a la orientación de las filas de granos en las fotografías a) y d), que se ha incidido sobre las capas con un haz de láser inclinado 45° sobre la horizontal.

Los granos presentan una forma más elíptica y compacta al contrario que en c) y d), por lo que su velocidad de enfriamiento fue mayor.

- Doble barrido en las capas primera y última

Se descubre una capa de mayor grosor en ambas caras lo que indica que se ha procedido a un doble barrido de fundición en la primera capa y en la última. Con ello lo que se busca es reducir la rugosidad superficial del material.

4.2.1.2 Análisis de la isotropía/anisotropía de los planos

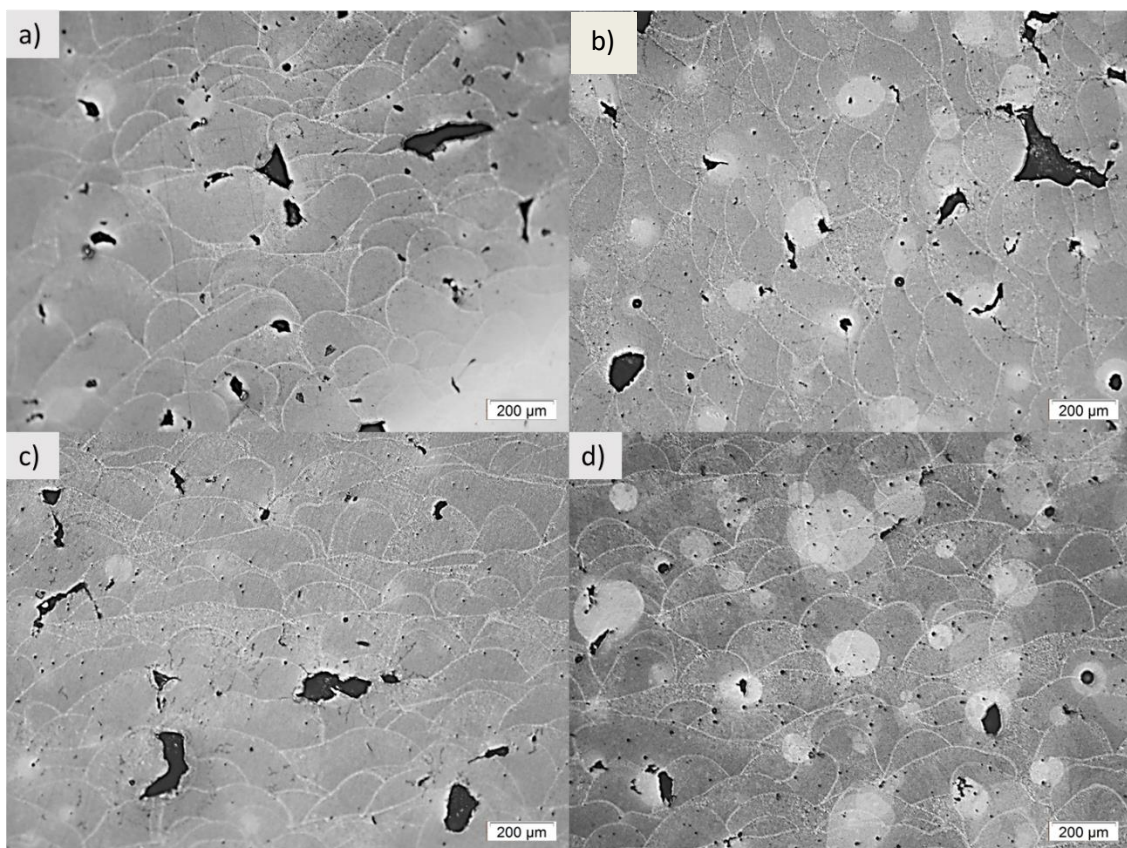


Figura 4.8 Caras de las muestras tras el ataque químico del AlSiC a) $E=2,5$ (J/mm²) b) $E=2,4$ (J/mm²).c) $E=2,3$ (J/mm²).d) $E=2,2$ (J/mm²)

Tanto en la Figura 4.7 como en la Figura 4.8 observamos que predomina una clara anisotropía debido a la alineación y dirección de los granos.

4.3 Caracterización del sólido

4.3.1 Densidad

4.3.1.1 Densidad teórica

$$\rho_{Teórica} = \rho_{SiC} * V_{sic} + \rho_{AlSi12} * V_{AlSi12}$$

Ecuación 4.1

$$\rho_{SiC} = \text{Densidad del carburo de silicio (53)} = 3,21 \frac{g}{cm^3}$$

$$\rho_{AlSi12} = \text{Densidad de la aleación base AlSi12\% (7)} = 2,66 \frac{g}{cm^3}$$

$$V_{sic} = \text{Fracción de volumen del SiC} = 5\%$$

$$V_{AlSi12} = \text{Fracción de volumen del AlSi12\%} = 95\%$$

$$\rho_{Teórica} = 3,21 * 0,05 + 2,66 * 0,95$$

$$\rho_{Teórica} = 2,71 \frac{g}{cm^3}$$

4.3.1.2 Densidad por Arquímedes

Muestras	$m_{sin\ laca}$ (g)	$m_{con\ laca}$ (g)	$m_{con\ laca\ en\ agua}$ (g)	ρ_{agua} $(\frac{g}{cm^3})$	ρ_{laca} $(\frac{g}{cm^3})$	$\rho_{Arquímedes}$ $(\frac{g}{cm^3})$
AlSiC-2.5	0,1065	0,1072	0,0650	0,99829	1,2	2,55
AlSiC-2.4	0,148	0,1491	0,0796	0,99829	1,2	2,15
AlSiC-2.3	0,2228	0,2239	0,0906	0,99829	1,2	1,68
AlSiC-2.2	0,2244	0,2252	0,1374	0,99829	1,2	2,57

Tabla 4.1 Cálculo de densidades por método de Arquímedes, de AlSiC tras consolidación

Se obtienen densidades experimentales muy aproximadas a otros estudios de AlSiC_{5%} para las muestras AlSiC-2.5 y AlSiC-2.2, entorno a $\rho = 2,5 (\frac{g}{cm^3})$ (2). En cambio

obtenemos densidades experimentales muy por debajo de la teórica para las muestras de AlSiC-2.4 y AlSiC-2.3

4.3.1.3 Densidad relativa

Muestras	$m_{sin\ laca}$ (g)	$\rho_{Arquimedes}$ ($\frac{g}{cm^3}$)	ρ_R ($\frac{g}{cm^3}$)
AlSiC-2.5	0,1065	2,55	94
AlSiC-2.4	0,148	2,15	79
AlSiC-2.3	0,2228	1,68	62
AlSiC-2.2	0,2244	2,57	94

Tabla 4.2 Cálculo de densidades relativas AlSiC consolidado a diferentes densidades de energía

Precisamente son las muestras consolidadas con una inclinación del haz de 45 ° las que presentan una buena densidad relativa, recordamos que son las muestras AlSiC-2.2 y AlSiC-2.5.

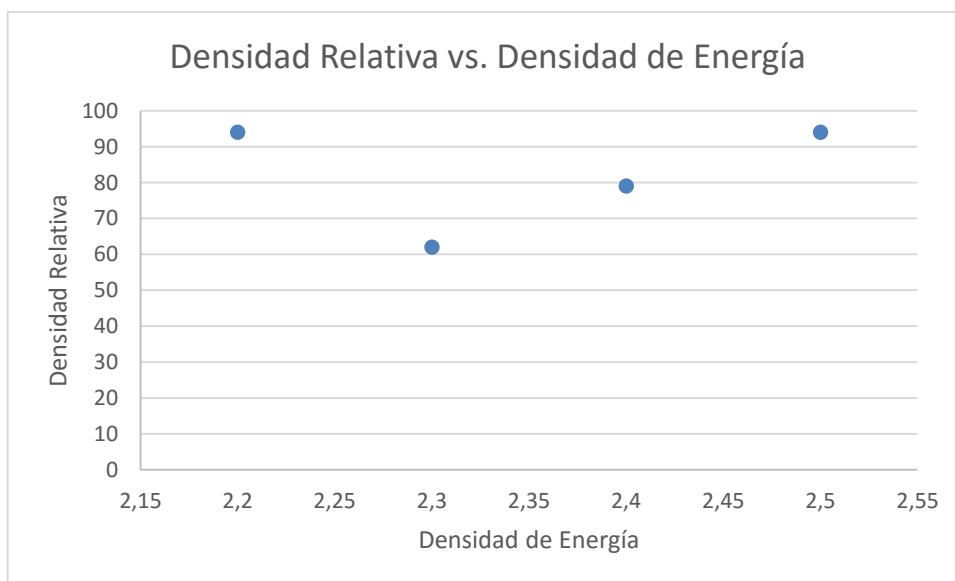


Figura 4.9 Gráfica de valores de densidad relativa frente a densidad de energía

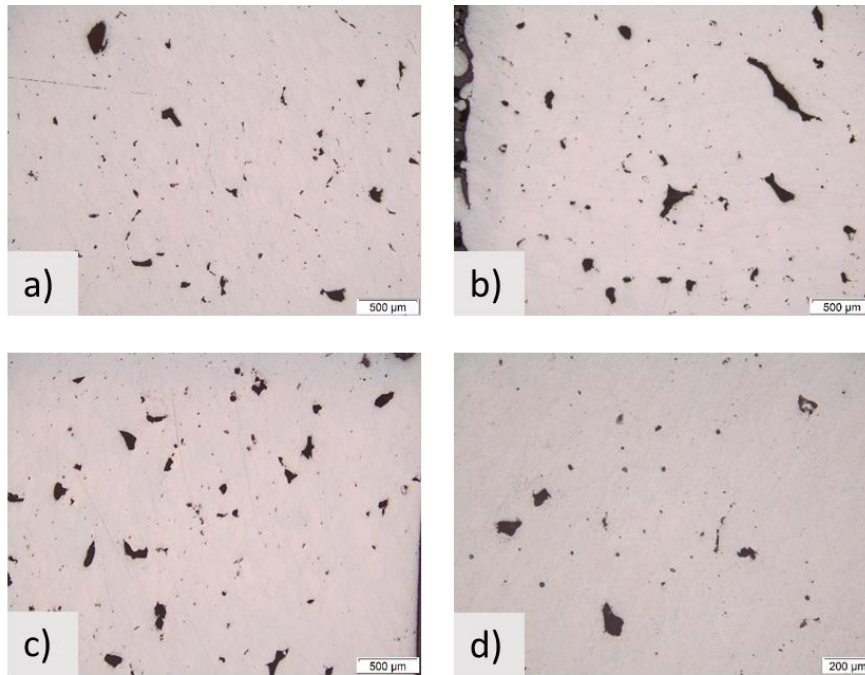


Figura 4.10 Inspección visual de la densidad relativa en función de la densidad de energía E. a) $E=2,5$ (J/mm²) b) $E=2,4$ (J/mm²).c) $E=2,3$ (J/mm²).d) $E=2,2$ (J/mm²)

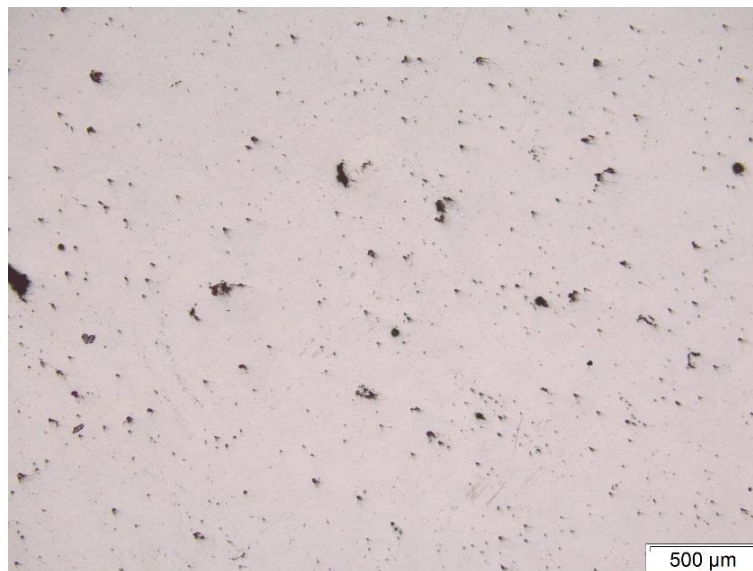


Figura 4.11 Inspección visual de la densidad relativa del aluminio sin reforzar.

Figura 4.10, observamos en las fotografías c) y d) una mayor porosidad por falta de fusión en el material. En general todas las muestras presentan mayor porosidad que el material base, (ver Figura 4.11), debido a la elevada temperatura de fusión del refuerzo.

4.3.1.4 Comparación de los valores de densidad con otros estudios

	CONSOLIDACIÓN POR SLM INCLINACIÓN DEL HAZ 45		PRESION EN FRÍO A 300 MPA Y SINTERIZACIÓN EN NITROGENO (2)	
	Densidad Energía 2,2 $\frac{J}{mm^2}$	Densidad Energía 2,5 $\frac{J}{mm^2}$	Tª de sinterización 580 °C	Tª de sinterización 620 °C
DESNIDAD TEORICA ($\frac{g}{cm^3}$)	2,71		2,73	
DENSIDAD ($\frac{g}{cm^3}$)	2,55	2,57	2,51	2,52
DENSIDAD RELATIVA (%)	94	94	91,70	92,15

Tabla 4.3 Comparación de los valores de densidades obtenidos, comparados con otros estudios

4.3.2 Dureza

4.3.2.1 Resultados de dureza para cada muestra consolidada

El análisis de la dureza presenta en todas las muestras la misma característica en cuanto a anisotropía se refiere. Existe diferencia entre caras y la dirección más dura es la dirección perpendicular a la sección transversal, excepto para la muestra AlSiC-2.2 en la que la dureza en la sección transversal no supera a la de las caras.

A continuación se muestra el desglose de los resultados obtenidos para cada muestra y en cada plano, para su posterior discusión.

4.3.2.1.1 AlSiC-2.5

Sección medida	Resultado HV 10kgf/15s
Cara A	94.89
Cara B	107.84
Sección transversal	125.72

Tabla 4.4 Ensayo de dureza Vickers AlSiC-2.5

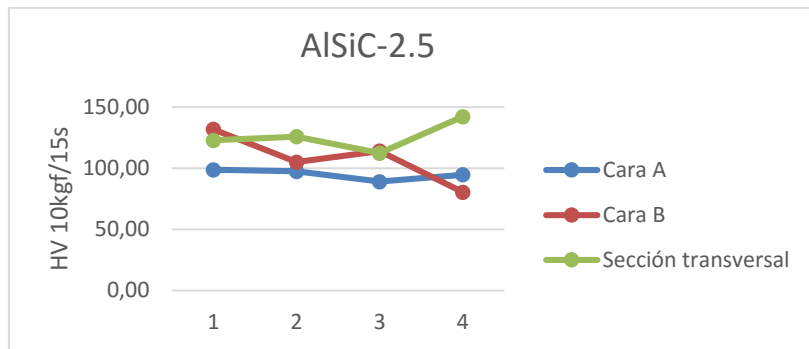


Figura 4.12 Ensayo de dureza Vickers AlSiC-2.5

4.3.2.1.2 AlSiC-2.4

Sección medida	Resultado HV 10kgf/15s
Cara A	90.47
Cara B	105.33
Sección transversal	116.00

Tabla 4.5 Ensayo de dureza Vickers AlSiC-2.4

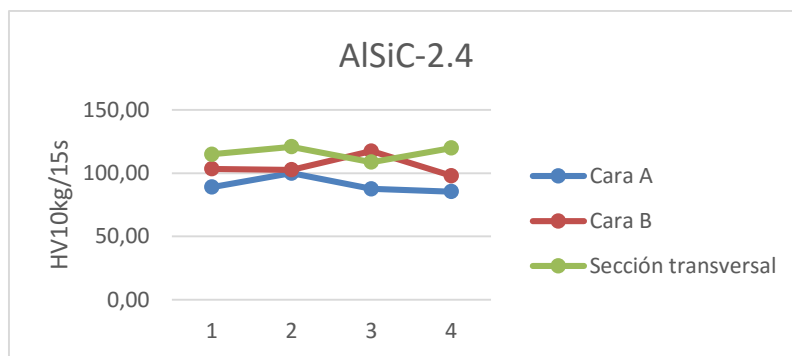


Figura 4.13 Ensayo de dureza Vickers AlSiC-2.4

4.3.2.1.3 AlSiC-2.3

Sección medida	Resultado HV 10kgf/15s
Cara A	109.09
Cara B	94.78
Sección transversal	117.27

Tabla 4.6 Ensayo de dureza Vickers AlSiC-2.3

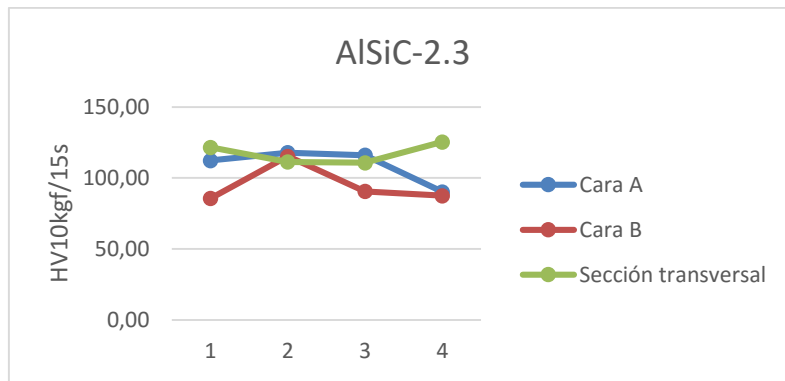


Figura 4.14 Ensayo de dureza Vickers AlSiC-2.3

4.3.2.1.4 AlSiC-2.2

Sección medida	Resultado HV 10kgf/15s
Cara A	111.63
Cara B	103.75
Sección transversal	107.44

Tabla 4.7 Ensayo de dureza Vickers AlSiC-2.2

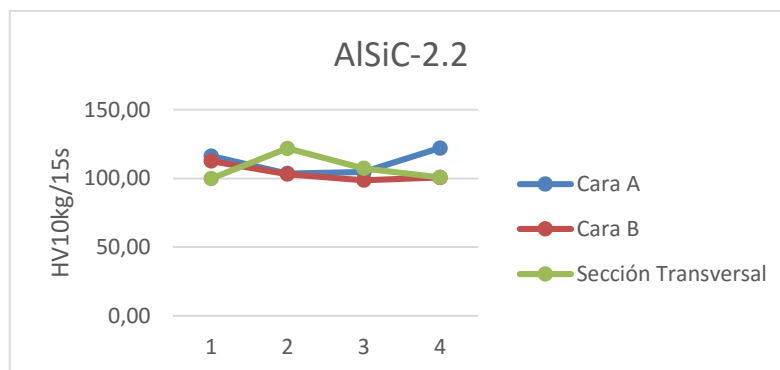


Figura 4.15 Ensayo de dureza Vickers AlSiC-2.2

4.3.2.1.5 AlSi12-2.5

Sección medida	Resultado HV 10kgf/15s
Cara A	100,90
Cara B	99,83
Sección transversal	102,50

Tabla 4.8 Ensayo de dureza Vickers AlSi12-2.5

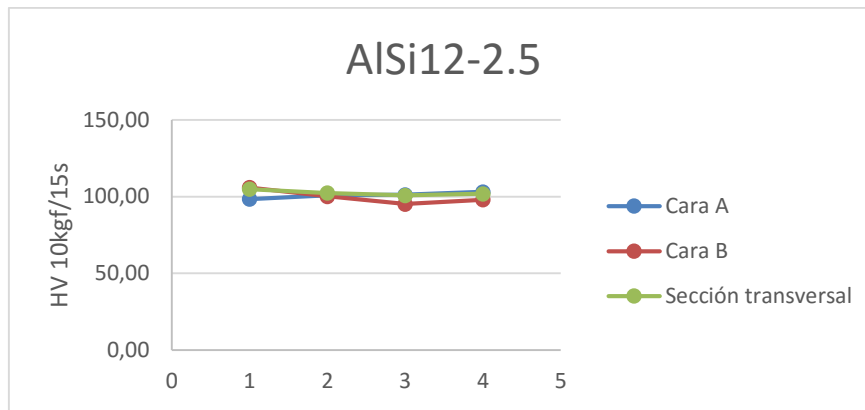


Figura 4.16 Ensayo de dureza Vickers AlSi12-2.5

En comparación con el material reforzado, el aluminio base no presenta diferente dureza entre los planos indentados.

4.3.2.2 Discusión de los resultados de dureza

4.3.2.2.1 Comparación de dureza en las caras según densidad de energía

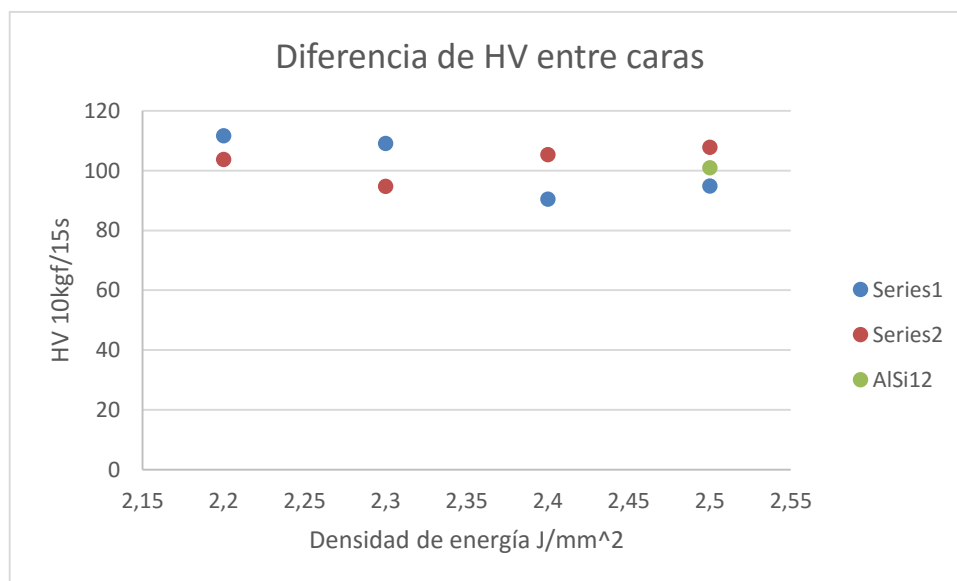


Figura 4.17 Ensayo de dureza de las caras

Si bien no se supo que cara era la inferior y cual la superior, (ver Figura 3.10), podemos comprobar al visualizar la dispersión de valores obtenidos para todas las caras, como existe diferencia entre ellas sin conocer cual fue la primera ni la última capa del proceso.

Esto se debe al doble barrido que no se hizo en el proceso de fabricación con el aluminio sin reforzar, que muestra el mismo valor de dureza en ambas caras.

4.3.2.2.2 Comparación Sección Transversal

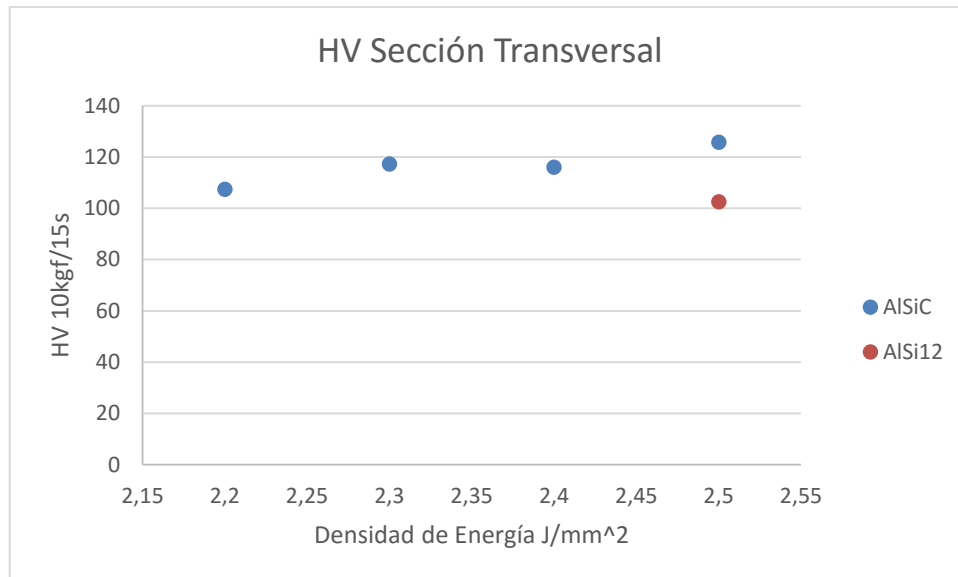


Figura 4.18 Ensayo de dureza de las secciones transversales

En cuanto a la dureza en la sección transversal, esta aumenta linealmente con la densidad de energía siendo la que mejor resultados de dureza muestra, la de mayor densidad de energía AISiC-2.5.

Observamos que el refuerzo en SiC ha aumentado la dureza casi en un 25% para la misma densidad de energía.

4.3.3 Microdureza

4.3.3.1 Resultados de Microdureza para cada muestra consolidada

Debido a la precisión de del ensayo de microdureza, se han obtenido valores más altos al poder evitar los poros del material con más facilidad que en el ensayo de macrodureza. En el ensayo de microdureza se aprecia menos la diferencia entre planos y se identifican mejor los valores que corresponden a indentaciones sobre poros, como se puede observar en los gráficos.

4.3.3.1.1 AlSiC-2.5

Sección medida	Resultado HMV 1kgf/15s
Cara A	112.03
Cara B	114.64
Sección transversal	111.45

Tabla 4.9 Ensayo de microdureza Vickers AlSiC-2.5

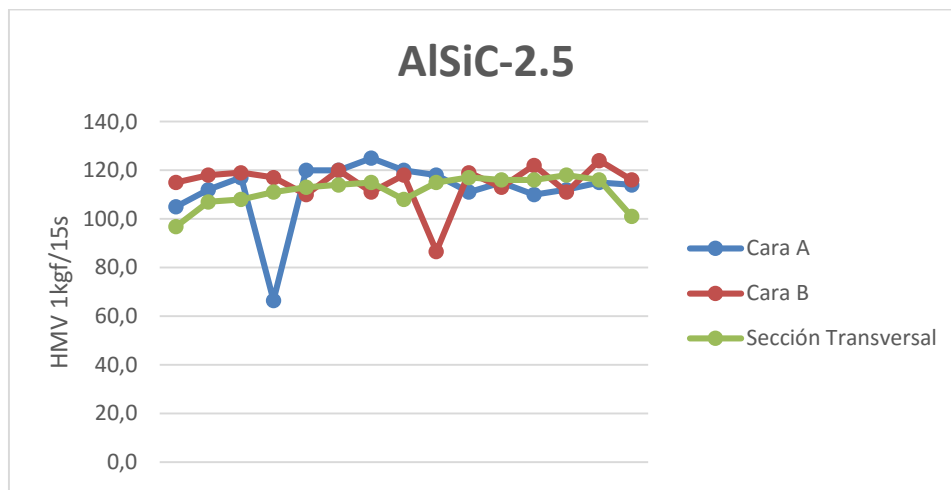


Figura 4.19 Ensayo de microdureza Vickers AlSiC-2.5

4.3.3.1.2 AISiC-2.4

Sección medida	Resultado HMV 1kgf/15s
Cara A	103.35
Cara B	115.00
Sección transversal	112.47

Tabla 4.10 Ensayo de microdureza Vickers AISiC-2.4

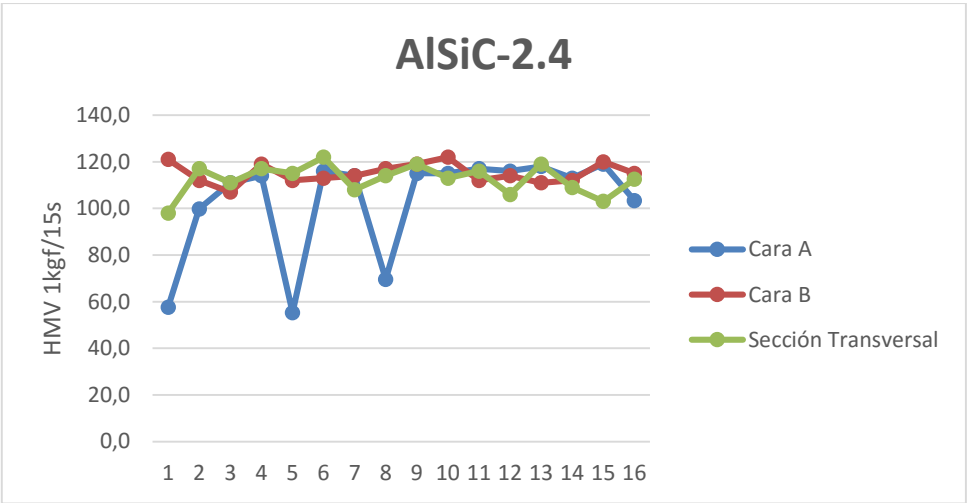


Figura 4.20 Ensayo de microdureza Vickers AISiC-2.4

4.3.3.1.3 AISiC-2.3

Sección medida	Resultado HMV 1kg/15s
Cara A	103.46
Cara B	108.75
Sección transversal	111.53

Tabla 4.11 Ensayo de microdureza Vickers AISiC-2.3

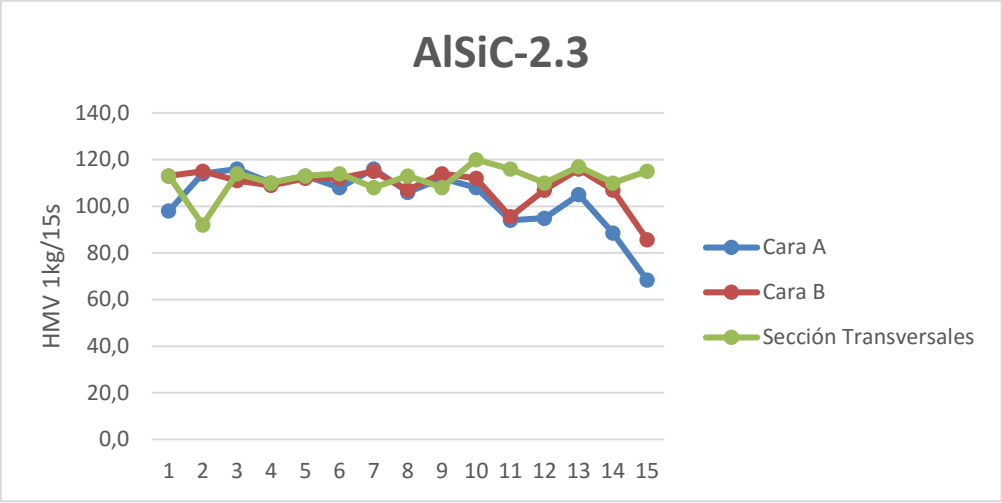


Figura 4.21 Ensayo de microdureza Vickers AlSiC-2.3

4.3.3.1.4 AlSiC-2.2

Sección medida	Resultado HVM 1kgf/15s
Cara A	103.46
Cara B	108.75
Sección transversal	111.53

Tabla 4.12 Ensayo de microdureza Vickers AlSiC-2.2

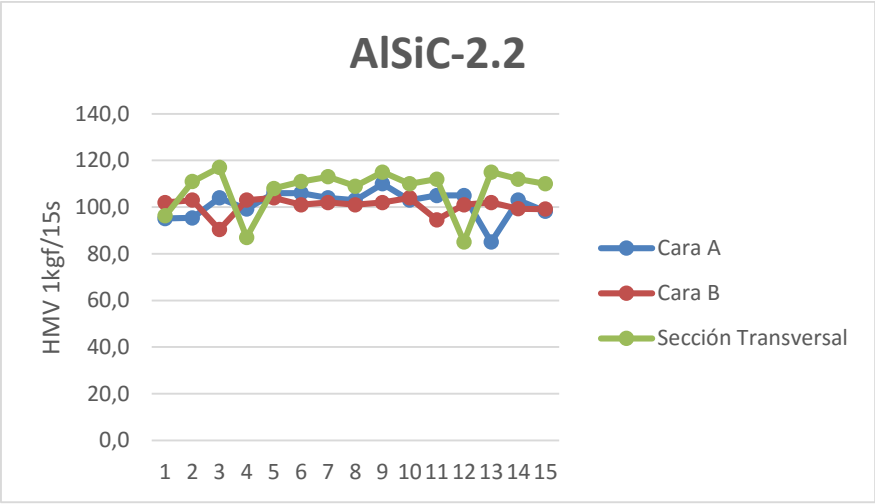


Tabla 4.13 Ensayo de microdureza Vickers AlSiC-2.2

4.3.3.1.5 AlSi12-2.5

Sección medida	Resultado HMV 1kgf/15s
Cara A	98.05
Cara B	96.23
Sección transversal	101.75

Tabla 4.14 Ensayo de microdureza Vickers AlSi12-2.5

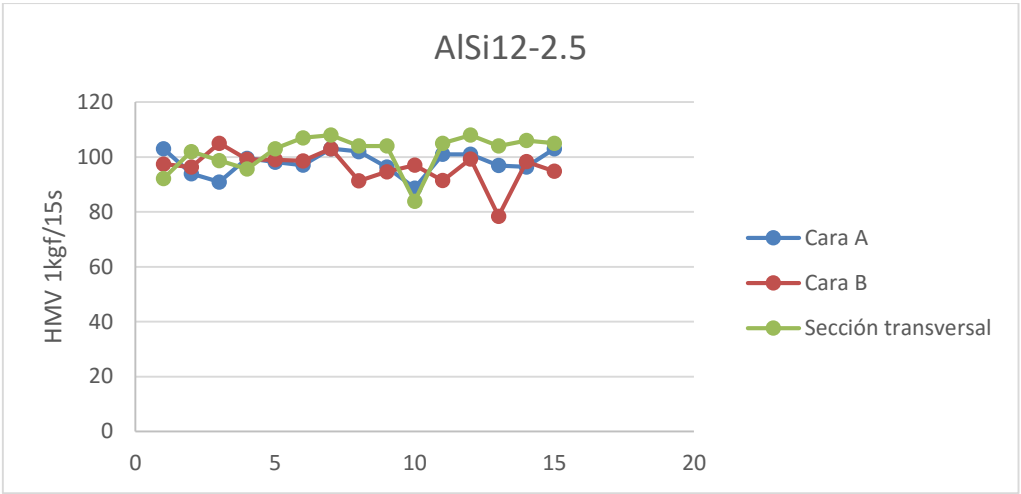
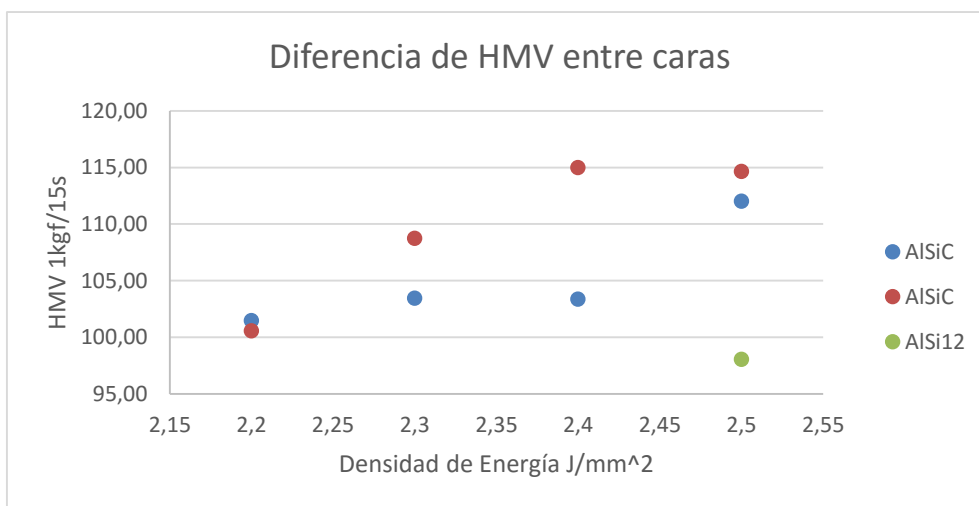


Figura 4.22 Ensayo de microdureza Vickers AlSi12-2.5

4.3.3.2 Discusión de los resultados de microdureza

4.3.3.2.1 Comparación de microdureza en las caras según densidad de energía

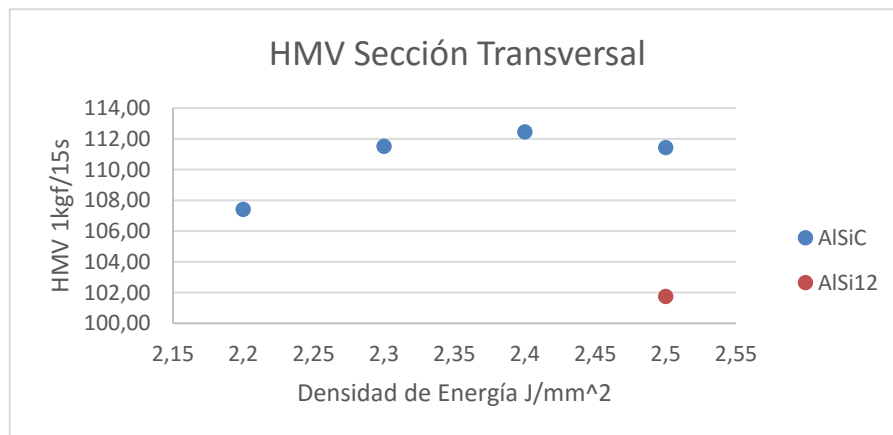


Si bien no se ha encontrado relación en las pruebas de macrodureza en función de la densidad de energía, sí la obtenemos en el análisis de microdureza en el cual obtenemos una relación lineal del aumento de la dureza frente al aumento de la densidad de energía. Esto se debe al doble barrido de las capas que no ha sido apreciado en la macroindentación.

Una vez más encontramos diferencia de dureza entre las caras A y B, pero son las muestras AISiC-2.2 y AISiC-2.5, consolidadas con una inclinación del haz del láser de 45°, las que presentan menor diferencia entre ellas.

El material sin reforzar AISi12-2.5 no presenta diferencia entre caras al no cumplir la condición de doble barrido y ha visto incrementada su dureza en un 16 % gracias al refuerzo.

4.3.3.2 Comparación Sección Transversal



La dureza en la sección transversal aumenta con la densidad de energía casi linealmente, aunque parece estabilizarse para las densidades de energía más altas.

Respecto a la influencia del refuerzo frente al aluminio sin reforzar, se ha incrementado casi en un 10 % la dureza para la misma densidad de energía.

4.3.3.2.3 Comparación de valores de dureza con otros estudios

En comparación con otros estudios consultados se han obtenido durezas más altas que piezas de AlSiC forjadas de manera más tradicional.

CONSOLIDACIÓN POR SLM	PRESION EN FRÍO A 300 MPA Y SINTERIZACIÓN EN NITROGENO (2)		FUNDICIÓN (59)
DENSIDAD ENERGÍA 2,4 $\frac{J}{mm^2}$	Tª de sinterización 580 °C	Tª de sinterización 620 °C	720 °C
115HV	27,1 HB	30,5 HB	81 HV

Tabla 4.15 Comparación de valores de dureza obtenidos, con otros estudios

5 Conclusión

Una vez realizadas las caracterizaciones necesarias se puede concluir que la técnica SLM se aproxima a ciertos objetivos buscados pero sigue presentando desventajas en otros, respecto al material esperado.

5.1 Sobre la aleación mecánica

Se ha logrado una distribución homogénea del refuerzo en la matriz pero se ha perdido gran parte la morfología esférica de las partículas iniciales, considerada óptima para la técnica SLM.

La contaminación del polvo en su proceso de fabricación también ha influido negativamente en las propiedades mecánicas esperadas ya que no se han podido realizar ensayos de tracción ni microtracción por su baja resistencia. Dato que nos proporcionó el centro de investigación CATEC.

5.2 Sobre el proceso de consolidación

Se ha logrado un aumento de dureza respecto al aluminio base, gracias al refuerzo de SiC, y se ha observado un aumento en función de la densidad de energía empleada en este caso:

- ✓ Aumento del 15% en las caras
- ✓ Aumento del 10% En la sección transversal

También se puede concluir sobre la dureza, que la fusión con un haz inclinado mejora la isotropía del material en la dirección de apilamiento de las capas.

Se ha obtenido una densidad relativa muy próxima al 100% en las muestras que se consolidaron con una inclinación del haz del láser de 45°, no habiendo influido la densidad de energía en este caso.

- ✓ Densidad relativa del 94%

El empleo de un doble barrido sobre la misma capa en el proceso, mejora la fusión y evita la rugosidad superficial así como la porosidad en la capa.

5.3 Sobre el material compuesto AlSiC y la técnica SLM

Si bien se ha conseguido una mejor fusión mediante la técnica SLM y con ello mejores resultados de dureza y densidad relativa, como hemos comprobado en Tabla 4.3 y Tabla 4.15, el material compuesto sigue mostrando gran porosidad por la falta de fusión en el SiC debido a su elevada temperatura de fusión.

6 Líneas Futuras

Como línea futura a este proyecto se podría valorar el aumento de la potencia del láser para lograr mayor densidad de energía en la fusión.

En su defecto considerar un segundo barrido por capa de fusión ya que esto ha tenido gran efecto en las pruebas de microdureza superficial.

Se podría apilar las capas en diferentes ángulos de rotación para evitar así la anisotropía de los planos.

También se podrían considerar tratamientos térmicos adicionales para favorecer la fusión de las partículas en la intercara como por ejemplo el prensado isostático en caliente (HIP) que elimina la porosidad de los materiales metálicos y rebaja la densidad de los materiales cerámicos.

Para un refuerzo más óptimo para sus propiedades mecánicas se recomienda reforzar con SiC al 15% en volumen.

7 Referencias

1. *Multi-functional SiC/Al Composites for Aerospace Applications*. **Cui Yan, Wang Lifeng y Ren Jianyue**. China : s.n., Received 4 September 2008; accepted 27 September 2008, Chinese Journal of Aeronautics, Vol. 21, págs. 578-584.
2. *THE EFFECT OF SINTERING TEMPERATURE ON MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF Al – SiC COMPOSITES*. **LESZCZYŃSKA-MADEJ, B.** 2013, Archives of Metallurgy and Materials, Vol. 58. 1.
3. **Ortolá, Salvador**. Blog Ingenieria de Materiales. [En línea] Septiembre de 2015.
4. **LENNTECH**. tabla periodica- Al. <http://www.lennotech.es/periodica/tabla-periodica.htm>. [En línea] Septiembre de 2015.
5. **Massalski, B.** *Binary Alloy Phase Diagrams*, ASM International. Cleveland, Ohio : s.n., 1990.
6. **SANZ, J. A. PERO**. *Prácticas de Metalografía- sistema Al-Si*. s.l. : Universidad de Oviedo, 2015.
7. **Romeva, Carles Riba**. Aliatges d'alumini d'emmotllament. *Disseny de màquines IV. Selecció de materials 2*. pág. 20.
8. **Boado, Maria Mónica Gómez**. *Obtención de piezas de SiC por inmersión de preformas de Si en lechos carbonos*. Facultad de Química, Universidad de Santiago de Compostela. Santiago de Compostela : s.n., 2008. Tesis Doctoral.
9. **Fernández Villar, José Carlos**. *Estudio de la corrosión de materiales compuestos Al/SiC fabricados por vía pulvimetalúrgica*. Universidad Rey Juan Carlos . 2008/2009. Proyecto Fin de Carrera. .
10. **Alpha Materials, Inc.** <http://www.alphamaterials.com/AlSiC.htm>. [En línea] Septiembre de 2015.

11. **FERROTEC.** <https://ceramics.ferrotec.com/products/ceramics/materials/metal-matrix/al-sic>. [En línea] Septiembre de 2015.
12. *Silicon Carbide Reinforced Aluminium Metal Matrix Composites for Aerospace Applications: A Literature Review.* **Suryanarayanan K., R. Praveen y S. Raghuraman.** 11, 2013, International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology, Vol. 2.
13. *Estudio de la reactividad entre aleaciones de aluminio y partículas de SiC.* **Ureña, y otros.** 2, 2000, Boletín de la Sociedad Española de Cerámica y Vidrio, Vol. 39.
14. *Effect of limited matrix–reinforcement interfacial reaction on enhancing the mechanical properties of aluminium–silicon carbide composites,.* **L. Tham, M. Gupta and L. Cheng.** 16, 2001, Acta Materialia, Vol. 49, págs. 3243-3253.
15. *Evaluation Of Mechanical Properties Of Aluminium Alloy 2024 Reinforced With Silicon Carbide And Fly Ash Hybrid Metal Matrix Composites.* **M.MahendraBoopathi, K. Arulshri y N. and Iyandurai.** 3, 2013, American Journal of Applied Sciences, Vol. 10, págs. 219-229.
16. *Development of aluminium based silicon carbide particulate metalmatrix composite.* **M. Singla, y otros.** 11, 2009, J. Minerals & Materials Characterization & Engineering , Vol. 7, págs. 455-467.
17. *Tribological characterization of aluminium-silicon carbide composite prepared by mechanical alloying.* **R. Singh y E.Singla.** 2012, International Journal Applied Engineering Research, Vol. 7. 11.
18. *Mechanical characterization of Aluminium silicon carbide composite.* **C. Neelima Devi, V. Mahesh y N. Selvaraj.** 4, 2011, International Journal Of Applied Engineering Research, Vol. 1, págs. 793-799.
19. *The Strengthening of Aluminium Alloy 6061 by Fiber and Platelet Silicon Carbide.* **Arsenault, R.** 2, 1984, Materials Science and Engineering, Vol. 64, págs. 171-181.

20. *Microstructural aspects of aluminium-silicon carbide particulate composite produced by a casting method* . **D. Lloyd, y otros.** 1989, Materials Science and Engineering , Vol. 107, págs. 73-80.
21. *Materiales compuestos de matriz metálica. I parte : Tipos, propiedades, aplicaciones.* **Edil Costa, Cesar, Velasco López, Francisco y Torralba, José Manuel.** 2000, Revista de Metalurgia, Vol. 36, págs. 179-192.
22. **ESA.**
http://www.esa.int/spaceinimages/Images/2014/04/Additive_Manufacturing_process.
[En línea] Septiembre de 2015.
23. **(AM), Additive Manufacturing.** <http://additivemanufacturing.com/basics/>. [En línea] Julio de 2015.
24. **González, Juan Vicente Haro.** *Desarrollo de un procedimiento de diseño óptimo para la fabricación de componenets mediante tecnologías aditivas.* Universidad Politécnica de Valencia. Tesis Doctoral.
25. **Sanlgas, Jordi Delgado i.** *Contribución a la fundición selectiva por láser de pieza metálica mediante estudio de propiedades mecánicas y manufactura.* Universitat de Girona. 2013. Tesis Doctoral.
26. **Solutions, EOS manufacturing.** www.eos.info. [En línea] Septiembre de 2015.
27. **Additively.** www.additively.com. [En línea] Septiembre de 2015.
28. **MACHINERY.** www.machinery.co.uk. [En línea] Septiembre de 2015.
29. **Feeder, Future.** <http://www.futurefeeder.com>. [En línea] Septiembre de 2015.
30. **FRAUNHOFER IPK (Instituto para técnicas de producción y construcción).** *Generative Manufacturing methods : Selective Laser Melting.* Berlin : s.n.

31. **A.M. Mancisidor, J.B. González, F. Garciandia, P. Álvarez IK4-Lortek.** Estudio de los factores críticos que afectan a la calidad de las piezas fabricadas por SLM. *Interempresas.net*. [En línea] Septiembre de 2015.
32. **KLSMARTIN.** *www.klsmartin.com*. [En línea] Agosto de 2015.
33. *High Power Selective Laser Melting (HP SLM) of Aluminium Parts.* **Buchbinder, D, y otros.** *Physics Procedia* , Vol. 12, págs. 271-278.
34. **Wikipedia.** <https://en.wikipedia.org/wiki/Stereolithography>. *Figura*. Septiembre de 2015.
35. **Luxexcel.** *www.luxexcel.com*. [En línea] Septiembre de 2015.
36. **SCULPTEO.** *www.sculpteo.com/es/*. [En línea] Septiembre de 2015.
37. **ASM International.** *ASM Handbook, Volume 7 : Powder Metal Technologies and Applications*. United States of America : s.n., 1998.
38. **ZOZ-GmbH.** http://www.zoz-gmbh.de/_AKTUELL/content/view/37/50/lang,de/. [En línea] Septiembre de 2015.
39. **S. BENJAMÍN, R.D. SCHELLENG.** 1981, *Metall. Trans. A.* , Vol. 12, págs. 1827-1832.
40. *Effect of mechanical alloying on the morphology, microstructure and properties of aluminium matrix composite powders.* **Fogagnolo, J.B., y otros.** 2003, *Materials Science and Engineering*, Vol. A342, págs. 131-143.
41. *Aleación mecánica: Método de obtención de polvos metálicos y de materiales compuestos.* **Ruiz-Navas, Elisa Maria, y otros.** 2000, *Revista de Metalurgia*, Vol. 36, págs. 279-286.
42. *The effects of mechanical alloying on the compressibility of aluminium matrix composite powder.* **Fogagnolo, Joaquín B., y otros.** 2003, *Materials Science and Engineering* , Vol. A355, págs. 50-55.

43. **Li, L. y Lai, M.** *Mechanical Alloying*. s.l. : Kluwer Academic Publishers, 1998.
44. **Cherdyntsev.** *Interaction of Iron Powder with oxygen of air upon Mechanical Alloying. The Physics of Metals and Metallography*. 1998, Vol. 86, págs. 585-589.
45. **Maurice, Dr. Courtney.** *The physics of Mechanical Alloying: A First Report. Metallurgical Transaction A*. 1990, Vol. 21, págs. 289-303.
46. **Suryanarayana, Cury.** *Mechanical Alloying And Milling*. s.l. : CRC Press, 2004.
47. **Aliofkhazraei, Mahmood.** *Handbook of Mechanical Nanostructuring, Volumen 2. Theran : Wiley-vch verlag gmbh & co. kgaa*, 2015.
48. **El-Eskandarany, M. Sherif.** *Mechanical Alloying: Nanotechnology, Materials Science and Powder Metallurgy*. s.l. : Elsevier, 2015.
49. **MIKRONs.** www.attritor.in. [En línea] Septiembre de 2015.
50. **Prep, Spex Sample.** www.spexsampleprep.com. [En línea] Septiembre de 2015.
51. **FRITSCH.** <http://www.fritsch-milling.com/>. [En línea] Septiembre de 2015.
52. *Mechanical Milling: a Top Down Approach for the Synthesis of Nanomaterials and Nanocomposites.* **Yadav, Thakur Prasad.** Liverpool : s.n., 2012.
53. **ESK-SiC.** *Material Data Sheet - Silicon Carbide*. 2000.
54. **The Metal Powder Industries Federation.** <https://www.mpif.org/>. [En línea] Septiembre de 2015.
55. **Wikipedia.** https://es.wikipedia.org/wiki/Dureza_Vickers. Figura. Septiembre de 2015.
56. **NEURTEK instruments.** *Preparaciones metalográficas . Recomendaciones Generales y Particulares para Acero- Hierro fundido - Aluminio-Bronce-Acero inoxidable- Fibra de Carbono-Magnesio-Inconel-Titanio*.

57. **STRUERS.** *Embutición en frío.* 2015. Folleto explicativo .
58. **American Society for Metals.** *Metal Handbook .* Ohio : s.n., 1948.
59. *Study of Tribological Characteristics of Al-SiC Metal Matrix Composite.* **Gosh, Shouvik, Sahoo, Prasanta y Sutradhar, Goutam.** 2, *International Journal of Advanced Material Research*, Vol. 1, págs. 53-58.
60. **Harris, Gary Lynn.** *Properties of Silicon Carbide.* s.l. : INSPECT; The Institution of Electrical Engineers, 1995.
61. **Hipertextual.** <http://hipertextual.com/archivo/2012/03/como-funciona-una-impresora-3d/>. [En línea] Agosto de 2015.
62. **Oregon State University.** *ME 581 Homework Three Fall 12.* 2012.
63. **Hassan, Waheed.** *Slideshare.*
<http://www.slideshare.net/waheedhassan52/ironiron-carbide-phase-diagrams>. [En línea] Septiembre de 2015.
64. **Ortolá, Salvador.** *Blog Ingenieria de Materiales.*
<https://ingenieriademateriales.wordpress.com>. [En línea] Septiembre de 2015.